

TREATED PIGMENT, USE THEREOF, AND COMPOUND FOR TREATING PIGMENTPatent Number: ☐ EP1484366

Publication date: 2004-12-08

Inventor(s): KANO MASANORI [JP]; ITOH KAZUNORI [JP]; KITAOKA NAOYUKI [JP]; YODO TAKAAKI [JP]; SHIBATA HIDEO [JP]

Applicant(s): SAKATA INX CORP [JP]

Requested

Patent: ☐ WO03076527

Application

Number: EP20030744030 20030310

Priority Number (s): WO2003JP02772 20030310; JP20020064416 20020308; JP20020074966 20020318; JP20020089231 20020327; JP20020186838 20020626

IPC

Classification: C09C3/10; C09C1/48; G03F7/004; G02B5/20; G02B5/00

EC

Classification: C09C1/56, G03F7/00B2

Equivalents:

Cited

Documents:

Abstract

The present invention provides a treated pigment produced by treating at least one pigment selected from the group consisting of organic pigments and carbon black each having a functional group reactive with a carbodiimide group with a carbodiimide compound having one or more carbodiimide groups, said carbodiimide compound having, within the molecule thereof, at least one side chain selected from the group consisting of polyester side chains, polyether side chains and polyacrylic side chains, with a carbodiimide equivalent of 100 to 50,000.

Data supplied from the esp@cenet database - I2

THIS PAGE BLANK (USPTO)

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局



(43) 国際公開日
2003年9月18日 (18.09.2003)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 03/076527 A1

(51) 国際特許分類: C09C 3/10,
1/48, G03F 7/004, G02B 5/20, 5/00

(21) 国際出願番号: PCT/JP03/02772

(22) 国際出願日: 2003年3月10日 (10.03.2003)

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(30) 優先権データ:

SX21A 特願2002-64416 2002年3月8日 (08.03.2002) JP
特願2002-74966 2002年3月18日 (18.03.2002) JP
特願2002-89231 2002年3月27日 (27.03.2002) JP
特願2002-186838 2002年6月26日 (26.06.2002) JP

〒550-0002 大阪府 大阪市 西区江戸堀 1丁目 23番
37号 サカティンクス株式会社内 Osaka (JP). 北岡
直幸 (KITAOKA, Naoyuki) [JP/JP]; 〒550-0002 大阪府
大阪市 西区江戸堀 1丁目 23番 37号 サカティン
クス株式会社内 Osaka (JP). 淀 貴明 (YODO, Takaaki)
[JP/JP]; 〒550-0002 大阪府 大阪市 西区江戸堀 1丁目
23番 37号 サカティンクス株式会社内 Osaka (JP).
柴田 英雄 (SHIBATA, Hideo) [JP/JP]; 〒550-0002 大阪
府 大阪市 西区江戸堀 1丁目 23番 37号 サカティ
ンクス株式会社内 Osaka (JP).

(74) 代理人: 安富 康男, 外 (YASUTOMI, Yasuo et al.); 〒
532-0011 大阪府 大阪市 淀川区西中島 5丁目 4番
20号 中央ビル Osaka (JP).

(81) 指定国 (国内): CN, JP, KR, US.

(71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): サカ
ティンクス株式会社 (SAKATA INX CORP.) [JP/JP];
〒550-0002 大阪府 大阪市 西区江戸堀 1丁目 23番
37号 Osaka (JP).

(84) 指定国 (広域): ヨーロッパ特許 (AT, BE, BG, CH, CY,
CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC,
NL, PT, RO, SE, SI, SK, TR).

(72) 発明者; および

(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 加野 仁紀
(KANO, Masanori) [JP/JP]; 〒550-0002 大阪府 大阪市
西区江戸堀 1丁目 23番 37号 サカティンクス株式
会社内 Osaka (JP). 伊藤 和典 (ITO, Kazunori) [JP/JP];

添付公開書類:

— 国際調査報告書

2文字コード及び他の略語については、定期発行される
各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語
のガイダンスノート」を参照。

(54) Title: TREATED PIGMENT, USE THEREOF, AND COMPOUND FOR TREATING PIGMENT

(54) 発明の名称: 処理顔料、その用途及び顔料処理用化合物

(57) Abstract: A treated pigment obtained by treating at least one pigment selected from the group consisting of organic pigments having a functional group reactive with a carbodiimide group and carbon black with a carbodiimide compound having a carbodiimide group, characterized in that the carbodiimide compound has per molecule at least one side chain selected from the group consisting of a polyester side chain, polyether side chain, and polyacrylic side chain and has a carbodiimide equivalent of 100 to 50,000.

(57) 要約: カルボジイミド基と反応する官能基を有する有機顔料及びカーボンブラックからなる群より選択される少なくとも1種の顔料を、カルボジイミド基を有するカルボジイミド化合物で処理してなる処理顔料であって、該カルボジイミド化合物は、分子内にポリエステル側鎖、ポリエーテル側鎖及びポリアクリル側鎖からなる群より選択される少なくとも1つ以上の側鎖を有し、かつカルボジイミド当量が100~50000のものであることを特徴とする処理顔料である。

WO 03/076527 A1

THIS PAGE BLANK (USPTO)

明細書

処理顔料、その用途及び顔料処理用化合物

技術分野

- 5 本発明は、処理顔料及びその用途に関し、より詳しくは、通常の印刷インキや塗料はもとより、さらに高濃度かつ微細に分散した状態で、良好な流動性と分散安定性とが求められる着色剤組成物での利用を目的とした処理顔料、及び、その用途として、良好なコントラストと高い透過率とを有するカラーフィルター、優れた遮蔽性と高い絶縁性とを有するブラックマトリックスの製造を可能にする顔料分散レジスト組成物に関する。また、本発明は、カルボジイミド基と反応する官能基を有する有機顔料又はカーボンブラックの処理に適した顔料処理用化合物に関する。

背景技術

- 15 各種印刷インキや塗料はもとより、最近ではカラーフィルターやインクジェット用インクといったより鮮明な色相が求められる分野においても、着色剤として顔料が利用されはじめている。

これら顔料の分散技術は、近年著しい進歩を遂げており、さらに製造の合理化の為に顔料濃度を出来るだけ高くして分散する方法が行われているが、顔料の濃度を高くすると、流動性、分散安定性が低下するという基本的な問題を有している。

加えて、カラーフィルターやインクジェット記録の分野では、高堅牢度が要求されるために高級顔料を使用し、鮮明な色相を得る為に粒子径をより微細化することが必要となる。しかしながら、もともと高級顔料は他の顔料と比較して分散安定性が乏しい上に、微細化すればするほど、凝集を起こし易くなり、安定な分散体を得ることが困難となる。

他方、カーボンブラックは、黒色度の高い顔料として広く利用されているが、一次粒子径が微細な上に多孔質で比表面積が大きいという性状のために、やはり高濃度化が困難で分散安定性に欠けるという問題がある。また、最近では、カー

ボンブラックをブラックマトリックスの遮光材料として利用する試みも行われており、導電性の高いカーボンブラックから、高絶縁性のブラックマトリックスを得る事は困難であるという問題がある。

そこで、この様な問題を解決するために、従来より顔料自体の処理（表面処理・改質）や、顔料に良好な濡れ性（吸着性）を有する顔料分散剤、顔料誘導体、
5 界面活性剤の開発等により、顔料の分散安定性や高濃度化の方法が検討され、現在でも多くの研究が行われている。

例えば、特開昭54-037082号公報では、酸性顔料の分散に塩基性基を有する顔料分散剤を利用して、酸-塩基の親和力によって顔料表面に顔料分散剤
10 を吸着させ、良好な分散安定性を得る方法が開示されている。しかしながら、このような酸-塩基の親和力程度では、顔料表面に顔料分散剤を吸着させる効果が充分とはいえず、前記のカラーフィルターやインクジェット用インクの材料として、到底、適用できるものではない。

また、微細な顔料粒子を安定に分散させるために、より多量の顔料分散剤を使用する方法もあるが、この方法を用いて得られる顔料分散体を、カラーフィルター用やブラックマトリックス用の顔料分散レジスト組成物に使用した場合には、
15 現像性が悪化するという問題がある。

更に、カルボキシル基等の官能基を有するカーボンブラックでは、アジリジン基、イソシアネート基、エポキシ基等の官能基を有する分散剤を、カルボキシル基と反応させてグラフト化する方法が特開平09-166869号公報で開示
20 されているが、この方法でも高濃度時の流動性や分散安定性を改善するまでには至っていない。

そこで、本願出願人は、まず、^{ISR 400}特開2002-201381号公報において、カーボンブラックのグラフト化による分散性向上の技術として、特にカルボキシル基との反応性が高いカルボジイミド基に着目し、分子内にその基を有する分散剤をカーボンブラックの表面にグラフト化させることにより、極めて安定的に微細な分散状態を維持できる処理カーボンブラックを開発し提案している。
25

本出願人が提案するこのような処理カーボンブラックは、インキや塗料等で有効に利用される他、形成される皮膜が高い絶縁性と遮光性を有するため、前記の

高絶縁性ブラックマトリックス用のレジスト組成物にも利用できるものである。

- しかしながら、より高い遮光性と絶縁性の皮膜を形成することを可能とするためには、カーボンブラックの高濃度化、分散安定化の基本性能がより向上されるものとなるように工夫する余地があり、また、有機顔料の分散に適用範囲を広げようとした場合にも、限界があった。

発明の要約

- 本発明が解決しようとする課題は、カラーフィルターやインクジェット記録等といった、顔料をより微細に分散させる必要のある分野に好適に適用でき、良好な分散安定性と流動性とを維持できる処理顔料を提供することである。また、高透過率でコントラスト等に優れたカラーフィルターや高遮光性で高絶縁性のブラックマトリックスを得る事ができる顔料分散レジスト組成物を提供することである。また、カルボジイミド基と反応する官能基を有する有機顔料及びカーボンブラックの処理に適した顔料処理用化合物を提供することである。

- 15 本発明者らは、上記の課題を解決するために鋭意検討した結果、カルボジイミド基と反応する官能基を有する顔料を、ポリエステル側鎖、ポリエーテル側鎖及びポリアクリル側鎖からなる群より選択される少なくとも1種の側鎖を有するカルボジイミド化合物で処理した処理顔料を使用することにより、上記課題を全て解決し得ること見出し、本発明を完成するに至った。

- 20 すなわち、本発明は、(1) カルボジイミド基と反応する官能基を有する有機顔料及びカーボンブラックからなる群より選択される少なくとも1種の顔料を、カルボジイミド基を有するカルボジイミド化合物で処理してなる処理顔料であって、該カルボジイミド化合物は、分子内にポリエステル側鎖、ポリエーテル側鎖及びポリアクリル側鎖からなる群より選択される少なくとも1種の側鎖を有し、かつカルボジイミド当量が100～50000のものである処理顔料に関する。

また、本発明は、(2) 上記カルボジイミド化合物は、カルボジイミド基と反応する官能基を有するポリエステル鎖、ポリエーテル鎖及びポリアクリル鎖からなる群より選択される少なくとも1種の鎖と、カルボジイミド基との反応により上記側鎖が分子内に導入されてなるものである上記(1)記載の処理顔料に関する

る。

また、本発明は、(3) 上記カルボジイミド化合物は、カルボジイミド基と反応する官能基を有する化合物とカルボジイミド基とを反応させた後、ポリエステル鎖、ポリエーテル鎖及びポリアクリル鎖からなる群より選択される少なくとも
5 1種を形成する化合物が分子内に導入されてなるものである上記(1)記載の処理顔料に関する。

また、本発明は、(4) 上記カルボジイミド化合物は、上記カルボジイミド基と反応する官能基をカルボキシ基、スルホン酸基、リン酸基、水酸基又はアミノ基として上記側鎖が分子内に導入されてなるものである上記(2)又は(3)記載の処理顔料に関する。
10

また、本発明は、(5) 上記側鎖は、式量200～10000の鎖である上記(1)～(4)のいずれかに記載の処理顔料に関する。

また、本発明は、(6) 上記カルボジイミド基と反応する官能基を有する有機顔料及びカーボンブラックは、カルボキシ基、スルホン酸基、水酸基及びアミノ基からなる群より選択される少なくとも1種の官能基を有するものである上記
15 (1)～(5)のいずれかに記載の処理顔料に関する。

また、本発明は、(7) 上記(1)～(6)のいずれかに記載の処理顔料を含有する顔料分散組成物に関する。

また、本発明は、(8) 上記(1)～(6)のいずれかに記載の処理顔料を含有する顔料分散レジスト組成物に関する。
20

また、本発明は、(9) 分子内にポリエステル側鎖、ポリエーテル側鎖及びポリアクリル側鎖からなる群より選択される少なくとも1種の側鎖を有し、かつカルボジイミド当量が100～50000のカルボジイミド化合物である、カルボジイミド基と反応する官能基を有する有機顔料又はカーボンブラックの顔料処理
25 用化合物に関する。

発明の詳細な開示

以下、本発明の処理顔料、その用途及び顔料処理用化合物について詳細に説明する。

本発明の処理顔料は、カルボジイミド基と反応する官能基を有する有機顔料やカーボンブラックを、ポリエステル側鎖、ポリエーテル側鎖及びポリアクリル側鎖からなる群より選択される少なくとも1種の側鎖を有するカルボジイミド化合物で処理してなるものである。尚、本発明の処理顔料とは、分散媒体等を用いて得られる顔料分散体の形態であつてもよく、分散媒体を用いずに得られる乾燥状態の形態のものであつてもよい。

このような処理顔料では、カルボジイミド化合物の分子内に存在するカルボジイミド基を、顔料表面に存在するカルボキシ基、スルホン酸基や水酸基等のカルボジイミド基と反応する官能基と反応させることにより、共有結合による強い吸着力を持たせることができる。さらにこの処理顔料を分散媒体中に分散したときに、カルボジイミド化合物が後述するポリエステル側鎖、ポリエーテル側鎖及びポリアクリル側鎖からなる群より選択される少なくとも1種の側鎖を有するものであると、該側鎖が、分散媒体中でドメインを形成して立体障害等の作用をすることから、顔料を分散媒体中に安定的に分散させることができるものと考えられる。

また、顔料がカーボンブラックの場合では、上記カルボジイミド化合物等の絶縁性材料でカーボンブラック表面が被覆された状態となり、このような処理カーボンブラックを含有するブラックマトリックス用の顔料分散レジスト組成物は、非常に優れた高絶縁性が得られるものと考えられる。

まず、本発明で使用するカルボジイミド基と反応する官能基を有する顔料について説明する。

本発明で使用する顔料は、カルボジイミド基と反応する官能基を有する有機顔料及びカーボンブラックからなる群より選択されるものである。このような顔料は、1種又は2種以上を用いることができる。

上記カルボジイミド基と反応する官能基を有する有機顔料及びカーボンブラックとしては、カルボキシ基、スルホン酸基、水酸基及びアミノ基からなる群より選択される少なくとも1種の官能基を有するものであることが好ましい。

上記有機顔料としては、例えば、染料レーキ顔料、アゾ系、ベンズイミダゾロン系、フタロシアニン系、キナクリドン系、アントラキノ系、ジオキサジン系、

インジゴ系、チオインジゴ系、ペリレン系、ペリノン系、ジケトピロロピロール系、イソインドリノン系、ニトロ系、ニトロソ系、アンスラキノ系、フラバンスロン系、キノフタロン系、ピランスロン系、インダンスロン系等の有機顔料等が挙げられる。

- 5 また、有機顔料表面にカルボジイミド基と反応する官能基がない場合は、表面処理して導入することができ、例えば、顔料分散安定化と表面処理技術・評価（2001年12月25日第1刷発行）頁76～頁85記載のプラズマ処理、酸素／紫外線処理、特開昭58-217559号公報の低温プラズマ法によって導入できる。

- 10 上記カーボンブラックとしては、通常の印刷インキやブラックマトリックス用レジスト組成物等に一般的に用いられ、好ましくはpH7.0以下でカルボキシル基を有するカーボンブラックが使用できる。具体的には、以下に例示するようなカーボンブラックの1種又は2種以上を使用することができる。

- 15 まず、三菱化学社製のカーボンブラックとして、カーボンブラック#2700、#2650、#2600、#2400、#2350、#2200、#1000、#990、#970、MA600、MA77、MA7、MA8、MA11、MA100、MA220等を挙げることができる。

- 20 また、キャボット社製のカーボンブラックとして、MONARCH1400、MONARCH1300、MONARCH1100、MONARCH1000、MOGUL-L、REGAL400R、REGAL350R等を挙げることができる。

- 25 また、デグサ社製のカーボンブラックとして、ColorBlack Fw200、ColorBlack Fw2、ColorBlack Fw2V、ColorBlack Fw1、ColorBlack Fw18、ColorBlack S170、ColorBlack S160、SpecialBlack6、SpecialBlack5、SpecialBlack4、SpecialBlack4A、SpecialBlack550、SpecialBlack350、SpecialBlack250、SpecialBlack100、Printex150T、PrintexU、PrintexV、Prin

tex140U、Printex140V等を挙げることができる。なお、これらはいずれも商品名である。

次に、本発明でカルボジイミド基と反応する官能基を有する顔料を処理するために使用する顔料処理用化合物であるカルボジイミド基を有するカルボジイミド

5 化合物について説明する。

本発明で利用できるカルボジイミド化合物は、ポリエステル側鎖、ポリエーテル側鎖及びポリアクリル側鎖からなる群より選択される少なくとも1種の側鎖を有し、かつカルボジイミド当量が100～50000のものである。

10 なお、本明細書において、「側鎖」とは、カルボジイミド化合物を主鎖としたときに、主鎖から枝分れの状態にある鎖をいう。また、一つの側鎖の中にポリエステル鎖とポリエーテル鎖とをそれぞれ1種以上で組み合わせて形成されるものは、「ポリエステル側鎖」と「ポリエーテル側鎖」との両方に属し、一つの側鎖の中にポリエステル鎖とポリアクリル鎖とをそれぞれ1種以上で組み合わせて形成されるものは、「ポリエステル側鎖」と「ポリアクリル側鎖」との両方に属し、
15 一つの側鎖の中にポリエーテル鎖とポリアクリル鎖とをそれぞれ1種以上で組み合わせて形成されるものは、「ポリエーテル側鎖」と「ポリアクリル側鎖」との両方に属する。さらに、一つの側鎖の中にポリエステル鎖、ポリエーテル側鎖及びポリアクリル鎖をそれぞれ1種以上で組み合わせて形成されるものは、「ポリエステル側鎖」、「ポリエーテル側鎖」、「ポリアクリル側鎖」のいずれにも属
20 する。そして、この様に一つの側鎖の中に、ポリエステル鎖、ポリエーテル鎖、ポリアクリル鎖が混在するものも、もちろん「ポリエステル側鎖、ポリエーテル側鎖及びポリアクリル側鎖からなる群より選択される少なくとも1種の側鎖」の条件を満足する側鎖である。

上記カルボジイミド化合物としては、特に好ましくは、カルボジイミド基と、
25 それと反応可能な官能基との反応を利用して、ポリエステル鎖、ポリエーテル鎖及びポリアクリル鎖からなる群より選択される少なくとも1種を分子内に導入した化合物が利用できる。なお、本発明において、このようなカルボジイミド基と官能基との反応をグラフト化反応と呼ぶことがあり、その方法で導入された側鎖をグラフト化側鎖、導入されたポリエステル側鎖をグラフト化ポリエステル側鎖、

ポリエーテル側鎖をグラフト化ポリエーテル側鎖、ポリアクリル側鎖をグラフト化ポリアクリル側鎖と呼ぶこともある。

また、本明細書において、カルボジイミド当量とは、(カルボジイミド化合物の分子量) / (カルボジイミド化合物分子中のカルボジイミド基の数) で表される数を意味するものである。

本発明において、カルボジイミド化合物は、1種又は2種以上を用いることができる。

そして、上記グラフト化側鎖を有するカルボジイミド化合物としては、まず、分子内にカルボジイミド基を2つ以上有する化合物をもとに、グラフト化反応によりポリエステル側鎖、ポリエーテル側鎖及びポリアクリル側鎖からなる群より選択される少なくとも1種の側鎖を1つ以上付加する(残余のカルボジイミド基も1つ以上とする)方法で得られる化合物を挙げることできる。

ここで、上記分子内にカルボジイミド基を2つ以上有する化合物としては、例えば、有機溶媒中で、カルボジイミド化触媒の存在下、ジイソシアネート化合物を脱炭酸反応によりカルボジイミド化して得られる化合物が利用でき、具体的に脱炭酸反応させるジイソシアネート化合物としては、ヘキサメチレンジイソシアネート、イソホロレンジイソシアネート、トリレンジイソシアネート、ジフェニルメタレンジイソシアネート、シクロヘキサレンジイソシアネート、ジシクロヘキシルメタレンジイソシアネート、キシリレンジイソシアネート、テトラメチレンジイソシアネート、テトラメチルキシリレンジイソシアネート等、脂肪族、脂環族、芳香族、芳香脂肪族ジイソシアネート化合物を挙げることもできる。

なお、得られる化合物の分子内にカルボジイミド基を2つ以上有するのに十分な条件下においては、モノイソシアネート化合物を併用してもよく、その場合に利用可能なモノイソシアネート化合物としては、メチルイソシアネート、エチルイソシアネート、プロピルイソシアネート、ブチルイソシアネート、オクタデシルイソシアネート、フェニルイソシアネート等、脂肪族、脂環族、芳香族、芳香脂肪族モノイソシアネート化合物を挙げることもできる。

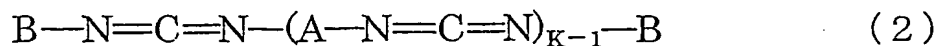
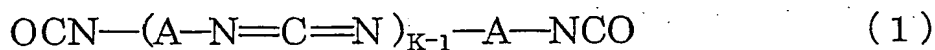
また、利用可能な有機溶媒としては、沸点が高く、かつ、イソシアネート化合物や生成するカルボジイミド基を有する化合物と反応するような活性水素を持た

ないものであり、具体的には、トルエン、キシレン、ジエチルベンゼン等の芳香族炭化水素；ジエチレングリコールジアセテート、ジプロピレングリコールジブチレート、ヘキシレングリコールジアセテート、グリコールジアセテート、メチルグリコールアセテート、エチルグリコールアセテート、ブチルグリコールアセテート、エチルジグリコールアセテート、ブチルジグリコールアセテート等のグリコールエーテルエステル類；エチルブチルケトン、アセトフェノン、プロピオフェノン、ジイソブチルケトン、シクロヘキサノン等のケトン類；酢酸アミル、プロピオン酸プロピル、酪酸エチル等の脂肪族エステル等を挙げることができる。

また、利用可能なカルボジイミド化触媒としては、ホスホレン類やホスホレンオキサイド類等が挙げられ、具体的には、1-エチル-3-メチル-3-ホスホレンオキサイド、1-フェニル-3-メチル-3-ホスホレンオキサイド、1-フェニル-3-メチル-2-ホスホレンオキサイド等が例示できる。

これらの材料を用いて、イソシアネート基の脱炭酸反応を行う方法としては、既知の方法が利用でき、例えば、窒素雰囲気下で、100～200℃の反応温度で行うことができる。なお、上記カルボジイミド基を有する化合物を得る他の方法としては、例えば、米国特許第2941956号、特公昭47-33279号公報、特開平5-178954号公報、特開平6-56950号公報等の方法が挙げられる。

このような方法を用いて、例えば、K (≥3) モルのジイソシアネート化合物を脱炭酸して得られる化合物は以下の一般式(1)で、また、(K-1) モルのジイソシアネート化合物と2モルのモノイソシアネート化合物を脱炭酸して得られる化合物は、以下の一般式(2)で表すことができる。これらは、ポリカルボジイミド化合物ともいう。



なお、上記一般式中、Aは、ポリカルボジイミド化合物の合成に用いたジイソシアネート化合物のイソシアネート基を除く残基、Bは、ポリカルボジイミド化合物の合成に用いたモノイソシアネート化合物のイソシアネート基を除く残基で

ある。

上記一般式(1)で表されるカルボジイミド基を有する化合物の市販品としては、テトラメチルキシリレンジイソシアネートを原料としたカルボジイミドとしてカルボジライトV-03、V-05等(いずれも商品名、日清紡社製)等が挙げられる。

このような一般式(1)で表される化合物は、分子内にイソシアネート基を有するが、イソシアネート基と反応可能な官能基を有する化合物を反応させることも可能であり、本発明のカルボジイミド化合物を形成することになる分子内に2つ以上のカルボジイミド基を有する化合物として利用することができる。

10 このようなイソシアネート基と反応可能な官能基を有する化合物としては、残余のカルボジイミド基と反応性が低くて、先にイソシアネート基と選択的に反応する化合物が好ましく、例えば、メタノール、エタノール等の低分子モノアルコール化合物、上記水酸基を含有するポリエステル化合物、ポリアルキレングリコールとそのモノアルキルエステル化合物、ポリメチルメタクリレートジオール、
15 ポリブチルメタクリレートジオール、ポリ2-エチルヘキシルメタクリレートジオール等の水酸基含有ポリアクリル化合物といったような水酸基含有化合物を挙げることができる。

その中でも、好ましくは式量が500~5000のポリエステル鎖、ポリエーテル鎖、ポリアクリル鎖である。

20 上記のような方法等を用いて得た、分子内に2つ以上のカルボジイミド基を有する化合物に、さらにグラフト化反応によりポリエステル側鎖、ポリエーテル側鎖又はポリアクリル側鎖を導入して、分子内にカルボジイミド基と、グラフト化ポリエステル側鎖、グラフト化ポリエーテル側鎖、グラフト化ポリアクリル側鎖からなる群より選択される少なくとも1種のグラフト化側鎖とを、それぞれ少なくとも1つ含有するカルボジイミド化合物とする。

25 そして、グラフト化反応によりこれらの側鎖を分子内に導入する代表的な方法としては、カルボジイミド基と反応可能な官能基、例えば、カルボキシル基、スルホン酸基、燐酸基、水酸基、アミノ基等を有するポリエステル化合物、ポリエーテル化合物又はポリアクリル化合物を、カルボジイミド基を有する化合物のカ

ルボジイミド基と反応させる方法が利用できる。

上記官能基を有するポリエステル化合物としては、まず、

- (1) オキシカルボン酸、モノアルコール、低分子ジオール化合物等を開始剤とした環状エステル化合物の開環重合化合物（例えば、乳酸、カプロン酸、1,2-ヒドロキシステアリン酸、ジメチロールプロピオン酸、ジメチロールブタン酸等のモノ又はポリオキシカルボン酸を開始剤として用い、 ϵ -カプロラクトン、 γ -ブチロラクトン、2-メチルカプロラクトン、4-メチルカプロラクトン、 β -プロピオラクトン、 δ -バレロラクトン、 β -メチル- δ -バレロラクトン等の環状エステル化合物を開環重合して得られるカルボキシル基と水酸基を含有するポリエステル化合物；メタノール、エタノール等の低分子モノオール化合物を開始剤として用い、上記環状エステル化合物を開環重合して得られる水酸基を含有するポリエステルモノオール化合物；エチレングリコール、プロピレングリコール等の低分子ジオール化合物を開始剤として用い、上記環状エステル化合物を開環重合して得られる水酸基を含有するポリエステルジオール化合物等）を挙げることができる。

また、(2) オキシカルボン酸の自己重縮合化合物（例えば、乳酸、カプロン酸、1,2-ヒドロキシステアリン酸等のモノオキシカルボン酸を重縮合して得られるカルボキシル基と水酸基を含有するポリエステル化合物等）を挙げることができる。

- また、(3) 低分子ジオール化合物と低分子ジカルボン酸化合物とを重縮合させて得られる化合物（例えば、エチレングリコール、1,3-プロパンジオール、1,4-ブタンジオール、1,6-ヘキサジオール等の直鎖状グリコール類、1,2-プロパンジオール、ネオペンチルグリコール、3-メチル-1,5-ペンタンジオール、エチルブチルプロパンジオール等の分岐グリコール類等の低分子ジオール化合物成分と、コハク酸、アジピン酸、アゼライン酸、セバシン酸、マレイン酸等の飽和及び不飽和脂肪族ジカルボン酸、フタル酸等の芳香族ジカルボン酸等の低分子ジカルボン酸化合物成分とを、低分子ジオール化合物の過剰存在下で反応させて得られる水酸基を含有するポリエステルジオール化合物等）を挙げることができる。

また、(4) モノアルコールを開始剤とした環状エステル化合物の開環重合物のリン酸エステル化合物（例えば、上記のポリエステルモノオール化合物をリン酸とエステル化反応させて得られるリン酸基を含有するポリエステルジオール化合物等）、(5) アミノ基含有スルホン酸化合物を開始剤とした環状エステル化合物の開環重合化合物（例えば、タウリン等のアミノ基含有スルホン酸化合物を開始剤として、上記環状エステル化合物を開環重合して得られるスルホン酸を含有するポリエステルジオール化合物等）を挙げることができる。

また、(6) モノアルコールを開始剤とした環状エステル化合物の開環重合物の亜硫酸ガス付加物（例えば、上記のポリエステルモノオール化合物に亜硫酸ガスを付加して得られるスルホン酸を含有するポリエステルジオール化合物等）を挙げることができる。

この様なポリエステル化合物としては、ポリカプロラク톤の開環重合によって得られるポリエステル化合物であることが好ましい。

上記官能基を有するポリエーテル化合物としては、まず、

(1) オキシカルボン酸、モノアルコール、低分子ジオール化合物等を開始剤とした環状エーテル化合物の開環重合化合物（例えば、乳酸、カプロン酸、1,2-ヒドロキシステアリン酸、ジメチロールプロピオン酸、ジメチロールブタン酸等のモノ又はポリオキシカルボン酸を開始剤として用い、エチレンオキサイド、プロピレンオキサイド、トリメチレンオキサイド、テトラヒドロフラン、テトラヒドロピラン等の環状エーテル化合物を開環重合して得られるカルボキシル基と水酸基を含有するポリエーテル化合物；メタノール、エタノール等の低分子モノオール化合物を開始剤として用い、上記環状エーテル化合物を開環重合して得られる水酸基を含有するポリエーテルモノオール化合物；エチレングリコール、プロピレングリコール等の低分子ジオール化合物を開始剤として用い、上記環状エーテル化合物を開環重合して得られる水酸基を含有するポリエーテルジオール化合物等）を挙げることができる。

また、(2) モノアルコールを開始剤とした環状エーテル化合物の開環重合物のリン酸エステル化合物（例えば、上記ポリエーテルモノオール化合物をリン酸とエステル化反応させて得られるリン酸基を含有するポリエーテル化合物）を挙

げることができる。

- また、(3) アミノ基含有スルホン酸化合物を開始剤とした環状エーテル化合物の開環重合化合物（例えば、タウリン等のアミノ基含有スルホン酸化合物を開始剤として、上記環状エーテル化合物を開環重合して得られるスルホン酸基を含有するポリエーテル化合物）を挙げることができる。

また、(4) モノアルコールを開始剤とした環状エーテル化合物の開環重合物の亜硫酸ガス付加物（例えば、上記ポリエーテルモノオール化合物に亜硫酸ガスを付加して得られるスルホン酸基を含有するポリエーテル化合物）を挙げることができる。

- 10 上記官能基を有するポリアクリル化合物としては、カルボキシル基、スルホン酸基、燐酸基、水酸基及びアミノ基からなる群より選択される少なくとも1種を有する(メタ)アクリルモノマーから選択される少なくとも1種を含有する単量体成分を重合してなる(メタ)アクリル系重合体（例えば、カルボキシル基を有する(メタ)アクリル系モノマー：(メタ)アクリル酸、クロトン酸、マレイン酸、フマル酸、シトコラン酸(メチルマレイン酸)、イタコン酸等；スルホン酸基を有する(メタ)アクリル系モノマー：(メタ)アクリル酸スルホエチル、(メタ)アクリル酸スルホプロピル等；燐酸基を有する(メタ)アクリル系モノマー：2-メタクリロイロキシエチルアシッドホスフェイト、トリスアクリロイルオキシエチルホスフェート等；水酸基を有する(メタ)アクリル系モノマー：2-ヒドロキシエチル(メタ)アクリレート、ヒドロキシプロピル(メタ)アクリレート、ヒドロキシペンチル(メタ)アクリレート等の(メタ)アクリル酸ヒドロキシアルキルエステル；アミノ基を有する(メタ)アクリルモノマー：(メタ)アクリルアミド、N-メチル(メタ)アクリルアミド、N-エチル(メタ)アクリルアミド、N-プロピル(メタ)アクリルアミド、N-ブチル(メタ)アクリルアミド、N-ヘキシル(メタ)アクリルアミド、N-オクチル(メタ)アクリルアミド等の単量体から選択される少なくとも1種のモノマー成分と必用に応じて上記以外の一般にアクリル系樹脂の反応成分として使用されるアルキルエステルやスチレン系モノマー等、既知のモノマーを重合して得られる(メタ)アクリル重合体等）を挙げることができる。

なお、さらに、上記官能基を有し、ポリエステル鎖とポリエーテル鎖の両方を
 含んでいる化合物、ポリエステル鎖を有するポリアクリル化合物、ポリエーテル
 鎖を有するポリアクリル化合物を用いてもよく、例えばポリアルキレングリコー
 ルやそのモノアルキルエーテル化合物を開始剤として、環状エステル化合物を反
 5 応させて得られる化合物、水酸基含有ポリエステル化合物に環状エーテル化合物
 を反応させて得られる化合物、ポリエステル鎖を分子内に含む（メタ）アクリル
 系モノマーやポリエーテル鎖を分子内に含む（メタ）アクリル系モノマーを用い
 て得られるポリアクリル鎖化合物を挙げる事ができる。

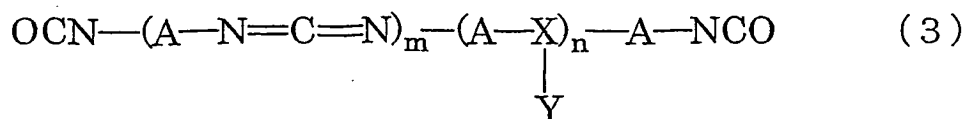
これらのポリエステル化合物、ポリエーテル化合物、ポリアクリル化合物の中
 10 でも、カルボジイミド基との反応性の面からはカルボキシル基、スルホン酸基、
 燐酸基を有する方が有利である。

また、水酸基を有する化合物は、もとなるポリカルボジイミド化合物がさら
 にイソシアネート基を有する場合、カルボジイミド基より先にイソシアネート基
 との反応が起こり、反応の制御が困難となり、さらに、水酸基を2つ以上有する
 15 化合物は、グラフト化反応の間に架橋してゲル化を起こす可能性がある。

そこで、官能基が水酸基のみの化合物については、さらに、無水フタル酸、無水
 マレイン酸、無水コハク酸等の酸無水物を反応させて、カルボキシル基を一つ含
 有するポリエステル化合物を得てから、グラフト化反応させることが望ましい。

上記で例示したポリエステル化合物、ポリエーテル化合物又はポリアクリル化
 20 合物をグラフト化により分子内に少なくとも1つ導入した化合物は、さらに、カ
 ルボジイミド基を少なくとも1つ有する必要がある、例えば、上記一般式（1）
 で表されるポリカルボジイミド化合物にグラフト化反応により側鎖を導入した時
 には、下記一般式（3）で表されるカルボジイミド化合物を得るものである（但
 し、 $K-1=m+n$ 個とする）。

25



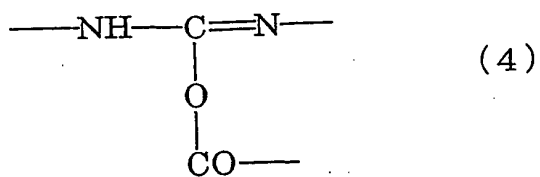
ここで、Aは、ポリカルボジイミド化合物の合成に用いたジイソシアネート化
 合物のイソシアネート基を除く残基である。Xは、同一又は異なって、カルボジ

イミド基とそれに反応可能な官能基を反応させて得られる 3 価の連結基、Y は、同一又は異なって、ポリエステル鎖、ポリエーテル鎖又はポリアクリル鎖であり、m 及び n は 1 以上の整数を表す。

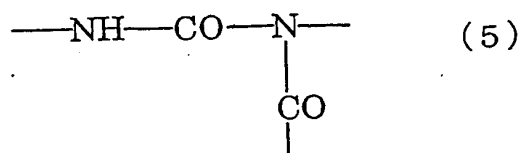
5 なお、上記 X で表される 3 価の連結基として、例えば、カルボジイミド基とカルボキシル基との反応から形成される連結基は、以下の一般式 (4)、(5)、カルボジイミド基と水酸基との反応から形成される連結基は、以下の一般式 (6)、(7)、カルボジイミド基とアミノ基との反応から形成される連結基は、以下の一般式 (8)、カルボジイミド基とスルホン酸基との反応から形成される連結基は、以下の一般式 (9)、カルボジイミド基と燐酸基との反応から形成される連結基は、以下の一般式 (10) で表される。

10

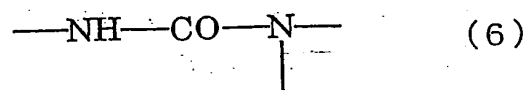
16



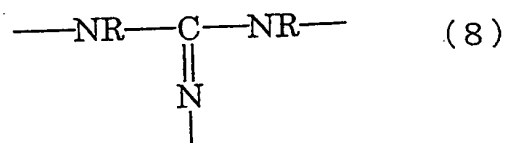
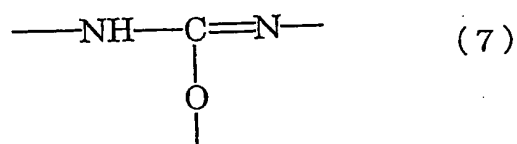
5



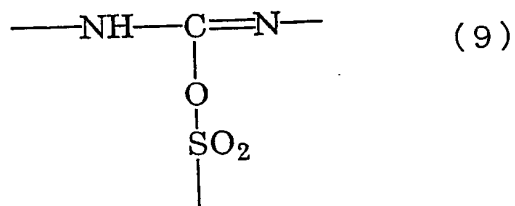
10



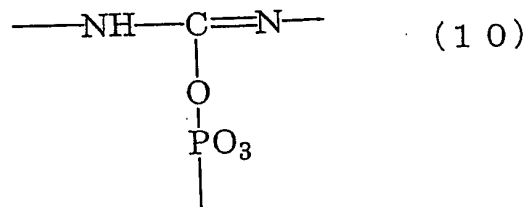
15



20

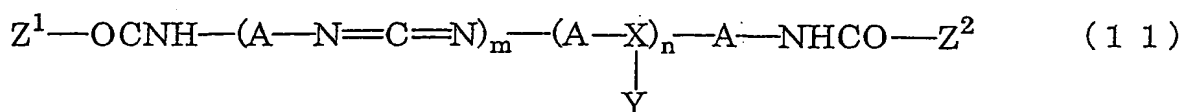


25



上記一般式中、Rは、水素原子又は炭素数1以上の炭化水素基を表す。
更に一般式(3)で表されるカルボジイミド化合物は、分子内にイソシアネー

ト基を有するが、イソシアネート基と反応可能な官能基を有する化合物を反応させることも可能であり、下記一般式(11)で表される化合物も本発明におけるカルボジイミド化合物として利用することができる。



上記一般式中、 Z^1 及び Z^2 は、それぞれ独立に、異なる構造を有しても良い、イソシアネート基と反応可能な官能基を有する化合物の、当該官能基の活性水素の1つを除く残基を表す。Aは、ポリカルボジイミド化合物の合成に用いたジイソシアネート化合物のイソシアネート基を除く残基である。Xは、同一又は異なって、カルボジイミド基とそれに反応可能な官能基を反応させて得られる3価の連結基、Yは、同一又は異なって、ポリエステル鎖、ポリエーテル鎖又はポリアクリル鎖であり、m及びnは1以上の整数を表す。

このようなイソシアネート基と反応可能な官能基を有する化合物としては、残余のカルボジイミド基と反応性が低くて、先にイソシアネート基と選択的に反応する化合物が好ましく、例えば、メタノール、エタノール等の低分子モノアルコール化合物、上記水酸基を含有するポリエステル化合物、ポリアルキレングリコールとそのモノアルキルエステル化合物、ポリメチルメタクリレートジオール、ポリブチルメタクリレートジオール、ポリ2-エチルヘキシルメタクリレートジオール等の水酸基含有ポリアクリル化合物といったような水酸基含有化合物を挙げることができる。

その中でも、好ましくは式量が500～5000のポリエステル鎖、ポリエーテル鎖又はポリアクリル鎖を形成するものである。

なお、以上に挙げた反応、すなわち、上記の水酸基含有化合物を開始剤とした環状エステル化合物の開環反応、オキシカルボン酸の重縮合反応、低分子ジオール化合物と低分子ジカルボン酸化合物との縮重合反応、水酸基含有エステル化合物と酸無水物の開環反応、環状エーテル化合物の開環反応、水酸基含有エーテル化合物と酸無水物との開環反応、カルボジイミド基と、カルボキシル基や水酸基等との反応、更にはイソシアネート基と水酸基等との反応は常法が利用できる。

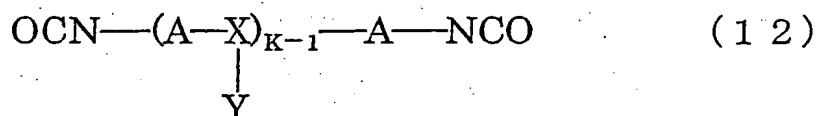
上記カルボジイミド化合物は、カルボジイミド基と、グラフト化ポリエステル鎖、グラフト化ポリエーテル鎖又はグラフト化ポリアクリル鎖とを、それぞれ少なくとも1つ含有する化合物であれば良く、各反応材料を反応させる順序が異なっても、最終的に得られる化合物が同一の分子構造を有すれば、得られる性能も異なるものではない。

- 従って、上記一般式(11)の化合物において、カルボジイミド基と反応する官能基を有するポリエステル鎖、ポリエーテル鎖及びポリアクリル鎖からなる群より選択される少なくとも1種の鎖(を有する化合物)と、カルボジイミド基(を有する化合物)との反応により上記側鎖を分子内に導入させる方法、即ち、グラフト化ポリエステル鎖、グラフト化ポリエーテル鎖又はグラフト化ポリアクリル鎖を導入するために、先にカルボジイミド基と反応する官能基含有ポリエステル化合物、カルボジイミド基と反応する官能基含有ポリエーテル化合物又はカルボジイミド基と反応する官能基含有ポリアクリル化合物を合成後、カルボジイミド基に反応させて上記側鎖とする方法を説明したが、グラフト化反応により側鎖をカルボジイミド化合物の分子内に導入する別の方法としては、カルボジイミド基と反応する官能基を有する化合物とカルボジイミド基(を有する化合物)とを反応させた後、ポリエステル鎖、ポリエーテル鎖及びポリアクリル鎖からなる群より選択される少なくとも1種を形成する化合物を分子内に導入させることによっても行うことができる。
- 例えば、グラフト化ポリエステル側鎖又はグラフト化ポリエーテル側鎖を導入する場合であれば、先にオキシカルボン酸をカルボジイミド基に反応させて、水酸基をカルボジイミド化合物の分子内に導入した後、環状ポリエステル化合物又は環状ポリエーテル化合物を開環重合させて、ポリエステル鎖又はポリエーテル鎖をグラフト結合する方法であっても良い。また、グラフト化ポリアクリル鎖を導入する場合であれば、先にオキシカルボン酸をカルボジイミド基に反応させて、水酸基をカルボジイミド基を有する化合物の分子内に導入した後、ポリアクリル鎖をグラフト結合する方法であっても良い。

更に、先にカルボジイミド基を有する化合物の分子内に残存するイソシアネート基と、それに上述したような反応可能な官能基とを反応させた後、グラフト化

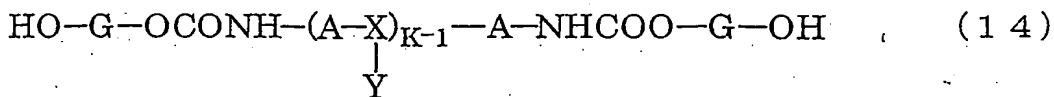
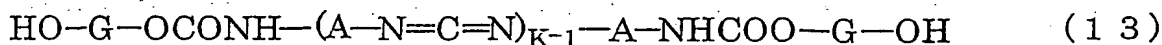
を行っても良く、そして、これらの反応の順序については、好ましくない副反応生成物の最も少なくなるような条件で合成することが望ましい。

上記分子内にグラフト化ポリエステル鎖、グラフト化ポリエーテル鎖又はグラフト化ポリアクリル鎖を有するカルボジイミド化合物のその他の例の一つとしては、上記一般式(1)で表される化合物と、カルボジイミド基の全てをグラフト化ポリエステル鎖、グラフト化ポリエーテル鎖又はグラフト化ポリアクリル鎖とした下記一般式(12)で表される化合物をもとに、次の方法から得られる化合物を挙げることができる。



上記一般式中、X、Y、A及びKは全て上記と同じ定義である。

まず、一般式(1)で表される化合物、又は、一般式(12)で表される化合物のどちらか一方を用い、両末端のイソシアネート基にジオール化合物を反応させて、両末端が水酸基の化合物を得る。例えば、一般式(1)で表される化合物1モルとジオール化合物2モルとを反応させて得られる化合物は、下記一般式(13)で表され、一方、一般式(12)で表される化合物1モルとジオール化合物2モルとを反応させて得られる化合物は、下記一般式(14)で表される。



上記一般式中、Gはジオール化合物の、イソシアネート基と反応した水酸基を除く残基を表す。

そして、上記のカルボジイミド基を有するジオール化合物(一般式(13)で表される化合物)に対して、グラフト化ポリエステル鎖、グラフト化ポリエーテル鎖又はグラフト化ポリアクリル鎖を有するジイソシアネート化合物(一般式(12)で表される化合物)、その逆として、このようなグラフト側鎖を有するジオール化合物(一般式(14)で表される化合物)に対して、カルボジイミド基

を有するジイソシアネート化合物（一般式（１）で表される化合物）を反応させて得られる化合物は、本発明で利用可能である。

更に、ポリカルボジイミド化合物の代わりや併用成分として、モノカルボジイミド化合物や、モノカルボジイミド化合物にグラフト化ポリエステル鎖、グラフト化ポリエーテル鎖又はグラフト化ポリアクリル鎖を導入した化合物等を利用する等の他の組み合わせからでも、このような側鎖を有するカルボジイミド化合物を得ることも可能である。

また、グラフト化反応以外の方法で、カルボジイミド化合物の側鎖を導入する方法としては、例えば、上記一般式（１）で表されるポリカルボジイミド化合物を、ポリエステル鎖、ポリエーテル鎖又はポリアクリル鎖を有する鎖伸長剤を用いて鎖伸長させる方法等が利用できる。

このような鎖伸長剤としては、ポリエステル鎖を有するものとして、トリメチロールプロパン、ペンタエリスリトール等の水酸基を３つ以上有するポリオール化合物に、上記環状ポリエステル化合物を開環重合させて得られる化合物、上記低分子ジオール化合物に一部トリオール化合物を併用して、上記低分子ジカルボン酸と重縮合させて得られる化合物、ジメチロールプロピオン酸等のジオールモノカルボン酸に、ポリエステル鎖を分子内に有するエポキシ化合物を反応させて得られる化合物等を挙げることができる。また、ポリエーテル鎖を有するものとして、上記ポリオール化合物に、上記環状ポリエーテル化合物を開環重合させて得られる化合物等を挙げることができる。また、ポリアクリル鎖を有するものとして、上記ポリオール化合物に、カルボキシ基を有する（メタ）アクリル系重合体を反応させて得られる化合物等を挙げることができる。

以上に例示したカルボジイミド化合物は、カルボジイミド基と反応する有機顔料及びカーボンブラックの顔料分散処理に適している化合物である。

このように、分子内にポリエステル側鎖、ポリエーテル側鎖及びポリアクリル側鎖からなる群より選択される少なくとも１種の側鎖を有し、かつカルボジイミド当量が１００～５００００のカルボジイミド化合物であることを特徴とする、カルボジイミド基と反応する官能基を有する有機顔料又はカーボンブラックの顔料処理用化合物もまた、本発明の一つである。

また、上記カルボジイミド化合物において、側鎖として導入するポリエステル鎖、ポリエーテル鎖又はポリアクリル鎖は、分散媒体中での顔料の分散安定性を向上させる作用を有するものであれば特に制限はないが、好ましくは式量が200以上であり、また、10000以下である。より好ましくは300以上であり、
5 また、5000以下である。

また、上記カルボジイミド化合物は、カルボジイミド当量が100～50000のものである。好ましくは、200以上であり、また、10000以下である。ここで、カルボジイミド当量が高すぎると、分散媒体中でのカルボジイミド基と反応する官能基を有する顔料の分散安定性が低下するおそれがある。また、顔料
10 として、カーボンブラックを使用した場合は、最終的にブラックマトリックスの皮膜となったときの絶縁性が低下して好ましくない。一方、カルボジイミド当量が低すぎると、カルボジイミド基が過剰に存在することになり、やはり分散媒体中でのカルボジイミド基と反応する官能基を有する顔料の分散安定性が低下するおそれがある。また、顔料として、カーボンブラックを使用した場合は、顔料分
15 散レジスト組成物としたときに、使用される皮膜形成樹脂と反応して増粘・ゲル化するという問題が生じる。

また、本発明で用いるカルボジイミド化合物の数平均分子量としては、1000以上であり、また、100000以下のものが好ましく、更に好ましくは、1000以上であり、また、50000以下である。カルボジイミド化合物の数平均分子量が高くなりすぎると、分散媒体中にカルボジイミド基と反応する官能基を有する顔料を分散させた際、及び、顔料分散レジスト組成物とした際に、適切な粘度のものが得られにくくなり、特に高濃度の顔料分散組成物が必要なときは好ましくない。一方、数平均分子量が低くなりすぎると、分散媒体中での上記顔料の分散安定性や、特に顔料としてカーボンブラックを使用した場合、最終的に
20 ブラックマトリックスの皮膜となったときの絶縁性が低下して好ましくない。

そこで、主に顔料表面に存在するカルボジイミド基と反応する官能基の量や、利用する分野のそれぞれの要求性能に応じて、カルボジイミド化合物の分子内に存在するカルボジイミド基の数やポリエステル側鎖、ポリエーテル側鎖、ポリアクリル側鎖等の側鎖との比率は、適宜調整することが好ましい。

なお、一般式 (3) や (11) で表される化合物は、比較的、簡単な合成条件で得られるという利点がある。しかしながら、少ないカルボジイミド基を有する化合物、例えば、1分子中に2つのカルボジイミド基を有するカルボジイミド化合物に、1つのポリエステル鎖、ポリエーテル鎖又はポリアクリル鎖をグラフト
5 化反応させようとする、分子内にグラフト化側鎖のないもの（カルボジイミド基を2つ含有）、分子内にグラフト化側鎖を2つ有するもの（カルボジイミド基非含有）の、両方の副生成物がそれぞれの反応確率に応じて生成する。

このような場合、分子内にグラフト化側鎖を2つ有する化合物が多く生成すると、本発明の効果が得られにくくなるため、例えば、分子内に平均0.7個程度のグラフト化側鎖が得られる条件で、上記顔料の処理に用いるカルボジイミド化合物を合成し、分子内にこのようなグラフト化側鎖を1つ含有するものと含有し
10 ないものとの混合物を多く生成させることが望ましい。

一方、一般式 (14) で表される化合物と一般式 (13) で表される化合物を反応させて得られる化合物、一般式 (1) で表される化合物と側鎖としてポリエステル鎖、ポリエーテル鎖又はポリアクリル鎖を有する鎖伸長剤とを反応させて
15 得られる化合物等は、分子内にこのような側鎖とカルボジイミド基とをそれぞれ少なくとも1つ有するカルボジイミド化合物が得られるという利点がある反面、イソシアネート基-水酸基の反応温度等、十分な合成条件を詰めてから行うことが必要となる。

20 次に、本発明で特定するカルボジイミド化合物を用いて、上記顔料を処理する方法について説明する。

本発明でいう処理とは、上記顔料の分散粒子表面の全面又は一部を、カルボジイミド化合物で処理するものである。具体的には、上記顔料、側鎖を有するカルボジイミド化合物、及び、必要に応じて分散媒体、その他の添加剤等の混合物を、
25 ロールミル、ニーダー、高速攪拌装置、ビーズミル、ボールミル、サンドミル、超音波分散機、高圧分散装置等を用いて混練し、分散・処理する方法を挙げることができる。

本発明においては、カルボジイミド化合物の分子内に存在するカルボジイミド基を、顔料表面に存在するカルボキシ基、スルホン酸基、水酸基等の官能基と

反応させて、強い吸着力を持つように処理することが好ましい。

なお、分散媒体を用いずに、側鎖を有するカルボジイミド化合物のみで上記顔料の処理を行うには、カルボジイミド化合物の融点以上であって、また、カルボジイミド基と、上記顔料表面に存在する官能基との反応を促進できる温度まで加温することが好ましい。上記の反応を促進する温度としては、概ね100℃以下であって、好ましくは40～80℃程度である。このような方法から得られる処理顔料は、粗粉碎又はチップ状としておき、後から任意の用途で好適な分散媒体中に分散して利用することができる。

一方、本発明で用いるカルボジイミド化合物を溶解可能で、上記顔料を安定的に分散できる有機系分散媒体又は水性媒体中に、上記顔料を分散させながら処理を行う方法では、比較的低温でも処理が可能であるが、更に上記反応を促進する温度まで加温することがより好ましい。そして、インキや塗料の分野で好適に利用される分散媒体中に、上記顔料を微細に分散して処理が行われたものについては、そのまま顔料分散体としてインキ化や塗料化が可能である。

ここで、インキや塗料の分野で好適に利用される分散媒体を例示すると、有機系分散媒体として、エチレングリコールモノメチルエーテル、エチレングリコールモノエチルエーテル、ジエチレングリコールモノメチルエーテル、ジエチレングリコールモノエチルエーテル、プロピレングリコールモノメチルエーテル、プロピレングリコールモノエチルエーテル等の（ポリ）アルキレングリコールモノアルキルエーテル類；エチレングリコールモノメチルエーテルアセテート、エチレングリコールモノエチルエーテルアセテート、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート等の（ポリ）アルキレングリコールモノアルキルエーテルアセテート類；ジエチレングリコールジエチルエーテル、ジエチレングリコールメチルエチルエーテル、テトラヒドロフラン等のエーテル類；メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン、シクロヘキサノン、2-ヘプタノン、3-ヘプタノン等のケトン類；2-ヒドロキシプロピオン酸メチル、2-ヒドロキシプロピオン酸エチル等の乳酸アルキルエステル類；2-ヒドロキシ-2-メチルプロピオン酸エチル、3-メチル-3-メトキシブチルプロピオネート、3-メトキシプロピオン酸メチル、3-エトキシプロピオン酸エチル、エトキシ酢酸エチル、

- ヒドロキシ酢酸エチル、酢酸エチル、酢酸n-ブチル、酢酸イソブチル、プロピオン酸n-ブチル、アセト酢酸メチル、蟻酸n-アミル、ピルビン酸エチル等のエステル類；トルエン、キシレン等の芳香族炭化水素類；n-メチルピロリドン、N, N-ジメチルホルムアミド、N, N-ジメチルアセトアミド等のアミド類；
- 5 イソプロピルアルコール、ノルマルプロピルアルコール等のアルコール類を挙げることができる。なお、これらの分散媒体は、単独で又は2種以上を混合して使用することができる。

また、水性媒体としては、水のみであってもよく、水混和性の有機系分散媒体との併用であってもよい。

- 10 更に、上記顔料の処理を行うために用いるカルボジイミド化合物の使用比率は、好ましくは上記顔料（使用顔料の合計）100質量部に対して3質量部以上であり、また、100質量部以下、好ましくは、5質量部以上、また、50質量部以下であるが、顔料表面に存在するカルボジイミド基と反応する官能基の多少や、分散性能、流動性、絶縁性等の要求性能等によって調整することが好ましい。
- 15 このようにして得られた処理顔料は、必要に応じて各種バインダー樹脂、溶剤、界面活性剤、その他の各種添加剤を含有させて、印刷インキ、塗料、ブラックマトリックス用顔料分散レジスト組成物、カラーフィルター用顔料分散レジスト組成物、インクジェット用インキ、筆記具用インキ、リボンインキ、液体现像剤等の用途で好適に利用されることになる。
- 20 本発明では、本発明の処理顔料の好ましい用途の一例としてブラックマトリックス用及びカラーフィルター用の顔料分散レジスト組成物についてさらに詳細に説明する。

- 上記顔料分散レジスト組成物は、活性エネルギー線硬化性を有し、アルカリ現像可能なレジスト組成物であり、本発明の処理顔料（処理カーボンブラック又は
- 25 処理有機顔料）に加えて、皮膜形成樹脂、光重合性化合物、光重合開始剤、溶剤から主として構成され、必要に応じて重合禁止剤等の各種添加剤を適宜含有させて得られるものである。

本発明のブラックマトリックス用の顔料分散レジスト組成物を構成する処理カーボンブラックとしては、高絶縁性の皮膜を形成するために、一旦分散すると凝

集体を形成し難いものを利用することが好ましい。

- また、ブラックマトリックス用の顔料分散レジスト組成物を構成する処理カーボンブラックでは、平均一次粒径が $0.15\mu\text{m}$ 以下の小さいカーボンブラックが好ましいが、このようなカーボンブラックを分散させた場合は、必要に応じて
- 5 補色用顔料を混合させ、色相をニュートラルブラックにすることが好ましい。

本発明のカラーフィルター用の顔料分散レジスト組成物を構成する処理有機顔料を得るためのカルボジイミド基と反応する官能基を有する有機顔料としては、鮮明な色相を有する皮膜を形成するために、カルボジイミド基と反応する官能基を有する高級有機顔料を利用することが好ましい。

- 10 本発明の顔料分散レジスト組成物を構成する皮膜形成樹脂としては、アクリル酸、メタクリル酸、イタコン酸、マレイン酸、無水マレイン酸、マレイン酸モノアルキルエステル、シトコラン酸、無水シトコラン酸、シトコラン酸モノアルキルエステル等のカルボキシル基含有不飽和単量体と、スチレン、2-ヒドロキシエチルアクリレート、2-ヒドロキシエチルメタクリレート、アリルアクリレート、
- 15 ト、アリルメタクリレート、ベンジルアクリレート、ベンジルメタクリレート、グリセロールモノアクリレート、グリセロールメタクリレート、N-フェニルマレイミド、ポリスチレンマクロモノマー及びポリメチルメタクリレートマクロモノマーからなる群より選択される少なくとも1種とを反応させて得られる共重合体であるカルボキシル基を有するアルカリ可溶性樹脂が例示でき、これらは単独
- 20 又は併用して使用できる。

本発明の顔料分散レジスト組成物を構成する光重合性化合物としては、光重合性不飽和結合を有するモノマー、オリゴマー等である。

- 光重合性不飽和結合を分子内に1個有するモノマーとしては、メチルメタアクリレート、ブチルメタアクリレート、2-エチルヘキシルメタクリレート、メチ
- 25 ルアクリレート、ブチルアクリレート、2-エチルヘキシルアクリレート等のアルキルメタクリレート又はアクリレート；ベンジルメタクリレート、ベンジルアクリレート等のアラルキルメタクリレート又はアクリレート；ブトキシエチルメタクリレート、ブトキシエチルアクリレート等のアルコキシアルキルメタクリレート又はアクリレート；N, N-ジメチルアミノエチルメタクリレート、N, N

ージメチルアミノエチルアクリレート等のアミノアルキルメタクリレート又はアクリレート；ジエチレングリコールモノエチルエーテル、トリエチレングリコールモノブチルエーテル、ジプロピレングリコールモノメチルエーテル等のポリアルキレングリコールモノアルキルエーテルのメタクリル酸エステル又はアクリル酸エステル；ヘキサエチレングリコールモノフェニルエーテル等のポリアルキレングリコールモノアリールエーテルのメタクリル酸エステル又はアクリル酸エステル；イソボニルメタクリレート又はアクリレート；グリセロールメタクリレート又はアクリレート；2-ヒドロキシエチルメタクリレート又はアクリレート等が例示できる。

- 10 光重合性不飽和結合を分子内に2個以上有するモノマーとしては、ビスフェノールAジメタクリレート、1, 4-ブタンジオールジメタクリレート、1, 3-ブチレングリコールジメタクリレート、ジエチレングリコールジメタクリレート、グリセロールジメタクリレート、ネオペンチルグリコールジメタクリレート、ポリエチレングリコールジメタクリレート、ポリプロピレングリコールジメタクリレート、テトラエチレングリコールジメタクリレート、トリメチロールプロパントリメタクリレート、ペンタエリスリトールトリメタクリレート、ペンタエリスリトールテトラメタクリレート、ジペンタエリスリトールテトラメタクリレート、ジペンタエリスリトールヘキサメタクリレート、ジペンタエリスリトールペンタメタクリレート、ビスフェノールAジアクリレート、1, 4-ブタンジオールジアクリレート、1, 3-ブチレングリコールジアクリレート、ジエチレングリコールジアクリレート、グリセロールジアクリレート、ネオペンチルグリコールジアクリレート、ポリエチレングリコールジアクリレート、ポリプロピレングリコールジアクリレート、テトラエチレングリコールジアクリレート、トリメチロールプロパントリアクリレート、ペンタエリスリトールトリアクリレート、ペンタエリスリトールテトラアクリレート、ジペンタエリスリトールテトラアクリレート、ジペンタエリスリトールヘキサアクリレート、ジペンタエリスリトールペンタアクリレート等が例示できる。これらの光重合性化合物は、単独で又は2種以上を組み合わせて用いることができる。
- 20
- 25

本発明の顔料分散レジスト組成物を構成する光重合開始剤としては、特に制限

なく、例えば、ベンゾフェノン、N, N' -テトラエチル-4, 4' -ジアミノ
ベンゾフェノン、4-メトキシ-4' -ジメチルアミノベンゾフェノン、ベンジ
ル、2, 2-ジエトキシアセトフェノン、ベンゾイン、ベンゾインメチルエーテ
ル、ベンゾインイソブチルエーテル、ベンジルジメチルケタール、 α -ヒドロキ
5 シイソブチルフェノン、チオキサントン、2-クロロチオキサントン、1-ヒド
ロキシシクロヘキシルフェニルケトン、 t -ブチルアントラキノン、1-クロロ
アントラキノン、2, 3-ジクロロアントラキノン、3-クロル-2-メチルア
ントラキノン、2-エチルアントラキノン、1, 4-ナフトキノン、1, 2-ベ
ンゾアントラキノン、1, 4-ジメチルアントラキノン、2-フェニルアントラ
10 キノン、トリアジン系光重合開始剤等が挙げられる。これらの光重合開始剤は単
独で又は2種以上を組み合わせ用いられる。

本発明の顔料分散レジスト組成物を構成する溶剤としては、上記に挙げた分散
媒体と同様のもので、好ましくは、常圧 ($1.013 \times 10^2 \text{ kPa}$) における
沸点が $100 \sim 220^\circ\text{C}$ のエステル系有機溶剤、エーテル系有機溶剤、エーテル
15 エステル系有機溶剤、ケトン系有機溶剤、芳香族炭化水素溶剤及び含窒素系有機
溶剤等である。

これら有機溶剤として、具体的には、エチレングリコールモノメチルエーテル、
エチレングリコールモノエチルエーテル、エチレングリコールモノイソプロピル
エーテル、エチレングリコールモノブチルエーテル、ジエチレングリコールモノ
20 メチルエーテル、ジエチレングリコールモノエチルエーテル、プロピレングリコ
ールモノメチルエーテル、プロピレングリコールモノエチルエーテル、プロピレ
ングリコールモノブチルエーテル、ジエチレングリコールジエチルエーテル、ジ
エチレングリコールジメチルエーテル、ジエチレングリコールメチルエチルエー
テル等のエーテル系有機溶剤；エチレングリコールモノメチルエーテルアセテ
25 ト、エチレングリコールモノエチルエーテルアセテート、エチレングリコールモ
ノブチルエーテルアセテート、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテ
ート、プロピレングリコールモノエチルエーテルアセテート等のエーテルエステ
ル系有機溶剤；メチルイソブチルケトン、シクロヘキサノン、2-ヘプタノン、
 δ -ブチロラクトン等のケトン系有機溶剤；2-ヒドロキシプロピオン酸メチル、

2-ヒドロキシプロピオン酸エチル、2-ヒドロキシ-2-メチルプロピオン酸エチル、3-メチル-3-メトキシブチルプロピオネート、3-メトキシプロピオン酸メチル、3-メトキシプロピオン酸エチル、3-エトキシプロピオン酸メチル、3-エトキシプロピオン酸エチル、エトキシ酢酸エチル、ヒドロキシ酢酸エチル、蟻酸n-アミル等のエステル系有機溶剤；；N-メチルピロリドン、N、N-ジメチルホルムアミド、N、N-ジメチルアセトアミド等の含窒素系有機溶剤等を例示でき、単独で又は2種以上を混合して使用することができる。

これらの有機溶剤の中でも、溶解性、分散性、塗布性等より、ジエチレングリコールジメチルエーテル、ジエチレングリコールメチルエチルエーテル、エチレングリコールモノメチルエーテルアセテート、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート、プロピレングリコールモノエチルエーテルアセテート、シクロヘキサノン、2-ヘプタノン、2-ヒドロキシプロピオン酸エチル、3-メチル-3-メトキシブチルプロピオネート、3-メトキシプロピオン酸エチル、3-エトキシプロピオン酸メチル、蟻酸n-アミル等が好ましく、更に好ましくは、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテートである。

さらに、これらの有機溶剤は、上記アルカリ可溶性樹脂の溶解性、顔料分散性、塗布性等より、本発明の顔料分散レジスト組成物に使用される全有機溶媒中50質量%以上、さらには、70質量%以上含有させることが好ましい。

なお、沸点が220℃以上の有機溶剤を多量に含有していると、塗布形成された塗膜をプレベークする際に有機溶剤が十分に蒸発せずに乾燥塗膜内に残存し、乾燥塗膜の耐熱性が低下するおそれがある。また、沸点100℃未満の有機溶剤を多量に含有していると、ムラなく均一に塗布することが困難になり、表面平滑性に優れた塗膜が得られなくなるおそれがある。

更に、本発明の顔料分散レジスト組成物には、必要に応じて、他の光重合性化合物、熱重合禁止剤、紫外線吸収剤、酸化防止剤等の各種添加剤を適宜使用することができる。

次に、以上の材料を用いて本発明の顔料分散レジスト組成物を製造する方法を説明する。

本発明の顔料分散レジスト組成物を製造する方法は、本発明の好ましい実施形

態の一例であり、本発明ではこれに限定されるものではない。

先に記載した構成材料から、本発明の顔料分散レジスト組成物を製造するためには、上記の方法により、処理顔料を分散させた顔料分散組成物に、上記光重合性化合物、光重合開始剤、皮膜形成用樹脂、必要に応じて有機溶剤、その他添加剤を加え、高速攪拌装置、高圧乳化機、ビーズミル、3本ロール、サンドミル、ニーダー等を用いて混合する方法が利用できる。

本発明の顔料分散組成物は、顔料含有量が高くなっても良好な分散安定性と流動性とを有し、それにより形成される皮膜は、顔料としてカーボンブラックを用いる場合は、薄膜で隠ぺい力が大きく、絶縁性に優れるもの、顔料としてカルボジイミド基と反応する官能基を有する有機顔料を使用した場合は、高い透過率を有し、高いコントラストを有するものである。従って、例えば、本発明の顔料分散組成物は、高い絶縁性が要求されるブラックマトリックスの材料、高い透過率及び高コントラストが要求されるカラーフィルター用の顔料分散レジスト組成物として好適に使用できるものである。

発明を実施するための最良の形態

以下、実施例をあげて本発明を具体的に説明するが、本発明はこれら実施例に限定されるものではない。なお特に断りのない限り、本実施例において「部」は質量部をあらわす。

[顔料処理用化合物であるカルボジイミド化合物の調製]

< a. ポリエステル側鎖を有するカルボジイミド化合物等の調製 >

(実施調製例 a-1)

還流冷却管、窒素ガス導入管、攪拌棒、温度計を備えた四つ口フラスコに、イソシアネート基を有するカルボジイミド当量 316 のポリカルボジイミド化合物 50.0 部、分子量 1000 のポリ(3-メチルペンチルアジペート)ジオール 115.7 部を仕込み、約 100℃ で 5 時間保持して、イソシアネート基と水酸基とを反応させ、次いで、末端にカルボキシル基を有する分子量 2000 のポリカプロラク톤の開環重合体 84.6 部を仕込み、約 100℃ で 2 時間保持して、

カルボジイミド基とカルボキシル基とを反応させた後、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート 375.5 部を仕込んで数平均分子量約 4200、カルボジイミド当量 2053 のカルボジイミド化合物 (a-1) を得た。

5 (実施調製例 a-2)

実施調製例 (a-1) の分子量 1000 のポリ (3-メチルペンチルアジペート) ジオールを、分子量 1000 のポリプロピレングリコールに変更した以外は実施調製例 (a-1) と同様にして、数平均分子量約 4200、カルボジイミド当量 2053 のカルボジイミド化合物 (a-2) を得た。

10

(実施調製例 a-3)

実施調製例 (a-1) の分子量 1000 のポリ (3-メチルペンチルアジペート) ジオールを、分子量 1000 のポリブチルメタクリレートジオールに変更した以外は実施調製例 (a-1) と同様にして、数平均分子量約 4200、カルボジイミド当量 2053 のカルボジイミド化合物 (a-3) を得た。

15

(実施調製例 a-4)

実施調製例 (a-1) の末端にカルボキシル基を有する分子量 2000 のポリカプロラク톤の開環重合体 84.6 部を末端にカルボキシル基を有する分子量 1000 のポリカプロラク톤の開環重合体 38.8 部に、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテートの量を 306.8 部に、それぞれ変更した以外は実施調製例 (a-1) と同様にして、数平均分子量約 3500、カルボジイミド当量 1723 のカルボジイミド化合物 (a-4) を得た。

20

25 (実施調製例 a-5)

還流冷却管、窒素ガス導入管、攪拌棒、温度計を備えた四つ口フラスコに、イソシアネート基を有するカルボジイミド当量 316 のポリカルボジイミド化合物 50.0 部、エチレングリコール 1.8 部と分子量 1000 のポリ (3-メチルペンチルアジペート) ジオール 57.9 部を仕込み、約 100℃ で 5 時間保持し

て、イソシアネート基と水酸基とを反応させ、次いで、末端にカルボキシル基を有する分子量2000のポリカプロラク톤の開環重合体84.6部を仕込み、約100℃で2時間保持して、カルボジイミド基とカルボキシル基とを反応させた後、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート291.5部を仕込んで数平均分子量約3300、カルボジイミド当量1588のカルボジイミド化合物(a-5)を得た。

(比較調製例 a-6)

還流冷却管、窒素導入管、攪拌棒、温度計を備えた四つ口フラスコに、イソシアネート基を有するカルボジイミド当量96のポリカルボジイミド化合物50.0部、分子量500のポリ(3-メチルペンチルアジペート)ジオール0.72部を仕込み、約100℃で5時間保持して、イソシアネート基と水酸基とを反応させ、次いで、末端にカルボキシル基を有する分子量500のポリカプロラク톤の開環重合体0.37部を仕込み、約100℃で2時間保持して、カルボジイミド基とカルボキシル基とを反応させた後、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート77.0部を仕込んで数平均分子量約70000、カルボジイミド当量98のカルボジイミド化合物(a-6)を得た。

(比較調製例 a-7)

還流冷却管、窒素導入管、攪拌棒、温度計を備えた四つ口フラスコに、イソシアネート基を有するカルボジイミド当量322のポリカルボジイミド化合物5.0部、分子量30000のポリ(3-メチルペンチルアジペート)ジオール464.3部を仕込み、約100℃で5時間保持して、イソシアネート基と水酸基とを反応させ、次いで、末端にカルボキシル基を有する分子量40000のポリカプロラク톤の開環重合体310.6部を仕込み、約100℃で2時間保持して、カルボジイミド基とカルボキシル基とを反応させた後、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート1170部を仕込んで数平均分子量約101000、カルボジイミド当量50233のカルボジイミド化合物(a-7)を得た。

(比較調製例 a-8)

還流冷却管、窒素導入管、攪拌棒、温度計を備えた四つ口フラスコに、イソシアネート基を有するカルボジイミド当量 316 のポリカルボジイミド化合物 5.0 部、分子量 1000 のポリ (3-メチルペンチルアジペート) ジオール 115.7 部を仕込み、約 100℃ で 5 時間保持して、イソシアネート基と水酸基とを反応させ後、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート 248.6 部を仕込んで数平均分子量約 2800、カルボジイミド当量 1048 のグラフト化側鎖非含有のカルボジイミド化合物 (a-8) を得た。

10 (比較調製例 a-9)

実施調製例 (a-1) の末端にカルボキシル基を有する分子量 2000 のポリカプロラク톤の開環重合物の量を 84.6 部を末端にカルボキシル基を有する分子量 1000 のポリカプロラク톤の開環重合物 338.6 部に、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテートの量を 756.5 部に、それぞれ変更した以外は実施調製例 (a-1) と同様にして、数平均分子量約 8500 のカルボジイミド基非含有化合物 (a-9) を得た。

< b. ポリエーテル側鎖を有するカルボジイミド化合物等の調製 >

(実施調製例 b-1)

20 実施調製例 (a-1) の末端にカルボキシル基を有する分子量 2000 のポリカプロラク톤の開環重合物を、末端にカルボキシル基を有する分子量 2000 のプロピレンオキサイドの開環重合物に変更した以外は実施調製例 (a-1) と同様にして、数平均分子量約 4200、カルボジイミド当量 2053 のカルボジイミド化合物 (b-1) を得た。

25

(実施調製例 b-2)

実施調製例 (b-1) の分子量 1000 のポリ (3-メチルペンチルアジペート) ジオールを、分子量 1000 のポリプロピレングリコールに変更した以外は実施調製例 (b-1) と同様にして、数平均分子量約 4200、カルボジイミド

当量 2053 のカルボジイミド化合物 (b-2) を得た。

(実施調製例 b-3)

- 5 実施調製例 (b-1) の分子量 1000 のポリ (3-メチルペンチルアジペート) ジオールを、分子量 1000 のポリブチルメタクリレートジオールに変更した以外は実施調製例 (b-1) と同様にして、数平均分子量約 4200、カルボジイミド当量 2053 のカルボジイミド化合物 (b-3) を得た。

(実施調製例 b-4)

- 10 実施調製例 (b-1) の末端にカルボキシル基を有する分子量 2000 のプロピレンオキサイドの開環重合体 84.6 部を末端にカルボキシル基を有する分子量 1000 のプロピレンオキサイドの開環重合体 38.8 部に、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテートの量を 306.8 部に、それぞれ変更した
15 以外は実施調製例 (b-1) と同様にして、数平均分子量約 3500、カルボジイミド当量 1723 のカルボジイミド化合物 (b-4) を得た。

(実施調製例 b-5)

- 還流冷却管、窒素ガス導入管、攪拌棒、温度計を備えた四つ口フラスコに、イソシアネート基を有するカルボジイミド当量 316 のポリカルボジイミド化合物
20 50.0 部、エチレングリコール 1.8 部と分子量 1000 のポリ (3-メチルペンチルアジペート) ジオール 57.9 部を仕込み、約 100℃ で 5 時間保持して、イソシアネート基と水酸基とを反応させ、次いで末端にカルボキシル基を有する分子量 2000 のプロピレンオキサイドの開環重合体 84.6 部を仕込み、
約 100℃ で 2 時間保持して、カルボジイミド基とカルボキシル基とを反応させた後、
25 プロピレングリコールモノメチルエーテルアセレート 291.5 部を仕込んで数平均分子量約 3300、カルボジイミド当量 1588 のカルボジイミド化合物 (b-5) を得た。

(比較調製例 b-6)

還流冷却管、窒素ガス導入管、攪拌棒、温度計を備えた四つ口フラスコに、イソシアネート基を有するカルボジイミド当量96のポリカルボジイミド50.0部、分子量500のポリ(3-メチルペンチルアジペート)ジオール0.72部を仕込み、約100℃で5時間保持して、イソシアネート基と水酸基とを反応させ、次いで末端にカルボキシル基を有する分子量500のプロピレンオキサイドの開環重合体0.37部を仕込み、約100℃で2時間保持して、カルボジイミド基とカルボキシル基とを反応させた後、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート77.0部を仕込んで数平均分子量約70000、カルボジイミド当量98のカルボジイミド化合物(b-6)を得た。

10

(比較調製例b-7)

還流冷却管、窒素ガス導入管、攪拌棒、温度計を備えた四つ口フラスコに、イソシアネート基を有するカルボジイミド当量322のポリカルボジイミド5.0部、分子量30000のポリ(3-メチルペンチルアジペート)ジオール464.3部を仕込み、約100℃で5時間保持して、イソシアネート基と水酸基とを反応させ、次いで末端にカルボキシル基を有する分子量40000のプロピレンオキサイドの開環重合体310.6部を仕込み、約100℃で2時間保持して、カルボジイミド基とカルボキシル基とを反応させた後、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート1170部を仕込んで数平均分子量約101000、カルボジイミド当量50223のカルボジイミド化合物(b-7)を得た。

15

(比較調製例b-8)

還流冷却管、窒素ガス導入管、攪拌棒、温度計を備えた四つ口フラスコに、イソシアネート基を有するカルボジイミド当量316のポリカルボジイミド50.0部、分子量1000のポリ(3-メチルペンチルアジペート)ジオール115.7部を仕込み、約100℃で5時間保持して、イソシアネート基と水酸基とを反応させた後、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート248.6部を仕込んで数平均分子量約2800、カルボジイミド当量1048のグラフト化側鎖非含有のカルボジイミド化合物(b-8)を得た。

25

(比較調製例 b-9)

実施調製例 (b-1) の末端にカルボキシル基を有する分子量 2000 のプロ
ピレンオキサイドの開環重合物の量を 338.6 部に、プロピレングリコールモ
5 ノメチルエーテルアセテートの量を 756.5 部に、それぞれ変更した以外は実
施調製例 (b-1) と同様にして、数平均分子量約 8500 のカルボジイミド基
非含有化合物 (b-9) を得た。

<c. ポリアクリル側鎖を有するカルボジイミド化合物等の調製>

10 (実施調製例 c-1)

実施調製例 (a-1) の末端にカルボキシル基を有する分子量 2000 のポリ
カプロラク톤の開環重合物を、カルボキシル基を有する分子量 2000 の (メ
タ) アクリル系重合体に変更した以外は実施調製例 (a-1) と同様にして、数
平均分子量約 4200、カルボジイミド当量 2053 のカルボジイミド化合物 (c-1) を得た。
15

(実施調製例 c-2)

実施調製例 (c-1) の分子量 1000 のポリ (3-メチルペンチルアジペー
ト) ジオールを、分子量 1000 のポリプロピレングリコールに変更した以外は
20 実施調製例 (c-1) と同様にして、数平均分子量約 4200、カルボジイミド
当量 2053 のカルボジイミド化合物 (c-2) を得た。

(実施調製例 c-3)

実施調製例 (c-1) の分子量 1000 のポリ (3-メチルペンチルアジペー
25 ト) ジオールを、分子量 1000 のポリブチルメタクリレートジオールに変更し
た以外は実施調製例 (c-1) と同様にして、数平均分子量約 4200、カルボ
ジイミド当量 2053 のカルボジイミド化合物 (c-3) を得た。

(実施調製例 c-4)

実施調製例(c-1)のカルボキシル基を有する分子量2000の(メタ)アクリル系重合体84.6部をカルボキシル基を有する分子量1000の(メタ)アクリル系重合体38.8部に、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテートの量を306.8部に、それぞれ変更した以外は実施調製例(c-1)と同様にして、数平均分子量約3500、カルボジイミド当量1723のカルボジイミド化合物(c-4)を得た。

(実施調製例c-5)

還流冷却管、窒素ガス導入管、攪拌棒、温度計を備えた四つ口フラスコに、イソシアネート基を有するカルボジイミド当量316のポリカルボジイミド化合物50.0部、エチレングリコール1.8部と分子量1000のポリ(3-メチルペンチルアジペート)ジオール57.9部を仕込み、約100℃で5時間保持して、イソシアネート基と水酸基とを反応させ、次いでカルボキシル基を有する分子量2000の(メタ)アクリル系重合体84.6部を仕込み、約100℃で2時間保持して、カルボジイミド基とカルボキシル基とを反応させた後、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート291.5部を仕込んで数平均分子量約3300、カルボジイミド当量1587のカルボジイミド化合物(c-5)を得た。

(比較調製例c-6)

還流冷却管、窒素ガス導入管、攪拌棒、温度計を備えた四つ口フラスコに、イソシアネート基を有するカルボジイミド当量96のポリカルボジイミド50.0部、分子量500のポリ(3-メチルペンチルアジペート)ジオール0.72部を仕込み、約100℃で5時間保持して、イソシアネート基と水酸基とを反応させ、次いでカルボキシル基を有する分子量500のアクリル系重合体0.37部を仕込み、約100℃で2時間保持して、カルボジイミド基とカルボキシル基とを反応させた後、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート77.0部を仕込んで数平均分子量約70000、カルボジイミド当量98のカルボジイミド化合物(c-6)を得た。

(比較調製例 c-7)

還流冷却管、窒素ガス導入管、攪拌棒、温度計を備えた四つ口フラスコに、イソシアネート基を有するカルボジイミド当量322のポリカルボジイミド5.0部、分子量30000のポリ(3-メチルペンチルアジペート)ジオール464.3部を仕込み、約100℃で5時間保持して、イソシアネート基と水酸基とを反応させ、次いでカルボキシル基を有する分子量40000のアクリル系重合体310.6部を仕込み、約100℃で2時間保持して、カルボジイミド基とカルボキシル基とを反応させた後、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート1170部を仕込んで数平均分子量約101000、カルボジイミド当量50223のカルボジイミド化合物(c-7)を得た。

(比較調製例 c-8)

還流冷却管、窒素ガス導入管、攪拌棒、温度計を備えた四つ口フラスコに、イソシアネート基を有するカルボジイミド当量316のポリカルボジイミド50.0部、分子量10000のポリ(3-メチルペンチルアジペート)ジオール115.7部を仕込み、約100℃で5時間保持して、イソシアネート基と水酸基とを反応させた後、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート248.6部を仕込んで数平均分子量約2800、カルボジイミド当量1.048の、グラフト化側鎖非含有のカルボジイミド化合物(c-8)を得た。

(比較調製例 c-9)

実施調製例(c-1)のカルボキシル基を有する分子量2000の(メタ)アクリル系重合体の量を338.6部に、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテートの量を756.5部に、それぞれ変更した以外は実施調製例(c-1)と同様にして、数平均分子量約8500のカルボジイミド基非含有化合物(c-9)を得た。

<顔料:カーボンブラック>

[実施例1の処理顔料及びその分散組成物の調製]

- 5 スチールビーズ ($\Phi 5\text{ mm}$) 1000 g を容量 1000 ml のスチール缶に、
カーボンブラックA (平均一次粒子径 56 nm 、 $\text{pH}=3.1$)を 50 g 、精製
水 450 g を仕込んだ。この混合物をペイントコンディショナーを用い 30 分間
練肉し、水性顔料分散体を得た。この水性顔料分散体を還流冷却管、窒素導入管、
10 攪拌棒、温度計を備えた四つ口フラスコに移し、攪拌しながらカルボジイミド化
合物 (a-1)、 50 g 、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート
 170 g を添加し、約 90°C で 8 時間反応させた。反応後、精製水及びプロピレ
ングリコールモノメチルエーテルアセテートを除去し、真空乾燥機に入れ 80°C
10 で 2 時間乾燥し、カルボジイミド化合物により表面処理された実施例1の表面処
理顔料 (表面処理顔料1)を得た。さらに表1の組成の材料を、ビーズミルで1
昼夜、温度 60°C の温度で混練して、実施例1の表面処理顔料の分散組成物を得
た。

15 [実施例9の処理顔料及びその分散組成物の調製]

- 実施例1において、カルボジイミド化合物 (a-1)をカルボジイミド化合物
(b-1)に変更した以外は実施例1と同様にして、カルボジイミド化合物によ
り表面処理された実施例9の表面処理顔料 (表面処理顔料2)を得た。さらに表
1の組成の材料を、ビーズミルで1昼夜、温度 60°C の温度で混練して、実施例
20 9の表面処理顔料の分散組成物を得た。

[実施例17の処理顔料及びその分散組成物の調製]

- 実施例1において、カルボジイミド化合物 (a-1)をカルボジイミド化合物
(c-1)に変更した以外は実施例1と同様にして、カルボジイミド化合物によ
り表面処理された実施例17の表面処理顔料 (表面処理顔料3)を得た。さらに
25 表1の組成の材料を、ビーズミルで1昼夜、温度 60°C の温度で混練して、実施
例17の表面処理顔料の分散組成物を得た。

[実施例2~8、10~16、18~24、比較例1~18の分散組成物の調製]

]

表1～3の組成の材料を、ビーズミルで一昼夜混練し、実施例2～8、10～16、18～24、比較例1～18の処理カーボンブラックの分散組成物を調製した。

5

[実施例1～24、比較例1～18のブラックマトリックス用の顔料分散レジスト組成物の調製]

高速攪拌機を用いて、上記実施例1～24、比較例1～18の処理カーボンブラックの分散体と他の材料とを表4～6の組成になるように均一に混合した後、
10 孔径3 μm のフィルターで濾過し、実施例1～24、比較例1～18のブラックマトリックス用の顔料分散レジスト組成物を得た。

[評価試験]

1. 分散安定性

15 実施例1～24、比較例1～18の処理カーボンブラックの分散組成物及び実施例1～24、比較例1～18のブラックマトリックス用の顔料分散レジスト組成物をそれぞれガラス瓶に採り、密栓して室温で7日保存した後の状態を下記評価基準に従って評価した。評価結果は、表1～表6に示す。

評価基準

20 A：増粘、沈降物が共に認められない。

B：軽く振盪すると元に戻る程度の増粘や沈降物が認められる。

C：強く振盪しても元に戻らない程度の増粘や沈降物が認められる。

2. レジストパターンの光学濃度 (OD値)

25 上記分散安定性でA又はBの評価の得られた、ブラックマトリックス用の顔料分散レジスト組成物をスピンコーターにて膜厚1 μm になるようにガラス基板上に塗布し、100℃で3分間プレバークした後、高圧水銀灯で露光し、更に230℃で30分間ポストバークを行い、ベタ部のみで形成されたレジストパターンを得た。評価結果は表4～6に示す。

得られた各ベタ部のレジストパターンの光学濃度（OD値）をマクベス濃度計（TD-931、商品名、マクベス社製）で測定した。

3. レジストパターンの抵抗値

- 5 上記の方法から得られたレジストパターンの表面抵抗値を抵抗測定器（R8340/8340A、商品名、アドバンテスト社製）で測定した。評価結果は表4～6に示す。

4. レジストパターンの現像性

- 10 上記分散安定性でA又はBの評価の得られた、ブラックマトリックス用の顔料分散レジスト組成物をスピンコーターにて膜厚 $1\mu\text{m}$ になるようにガラス基板上に塗布し、 100°C で3分間プレベークした。得られた塗膜を、 $0.15\%\text{Na}_2\text{CO}_3$ 水溶液を使用して現像し、未硬化部分のレジスト組成物が完全に除去できる間での時間から現像性を評価した。評価結果は表4～6に示す。
- 15 A：30秒以内に完全に除去できる。
B：30秒を超えて60秒以内に完全に除去できる。
C：60秒を超えても完全に除去できない。

表 1

	実施例								比較例					
	1	2	3	4	5	6	7	8	1	2	3	4	5	6
カーボンブラック A	—	20	20	20	20	20	—	—	20	20	20	20	20	20
カーボンブラック B	—	—	—	—	—	—	20	—	—	—	—	—	—	—
カーボンブラック C	—	—	—	—	—	—	—	20	—	—	—	—	—	—
表面処理顔料 1	28	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
カルボジイミド化合物 (固形分)	a-1	—	8	—	—	—	8	8	—	—	—	—	—	—
	a-2	—	—	8	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	a-3	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	a-4	—	—	—	8	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	a-5	—	—	—	—	8	—	—	—	—	—	—	—	—
	a-6	—	—	—	—	—	—	—	8	—	—	—	—	—
	a-7	—	—	—	—	—	—	—	—	8	—	—	—	—
	a-8	—	—	—	—	—	—	—	—	—	8	—	—	—
カルボジイミド基非含有化合物 (固形分)	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	8	—	—
顔料分散剤 (固形分)	A	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	2	—
	B	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	6
溶剤	PGMEA	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	78	74
合計	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
(評価)	分散安定性	A	A	A	A	A	A	A	A	B	B	C	B	B

表 2

	実施例										比較例			
	9	10	11	12	13	14	15	16	7	8	9	10	11	12
カーボンブラック A	—	20	20	20	20	20	—	—	20	20	—	—	—	—
カーボンブラック B	—	—	—	—	—	—	20	—	—	—	—	—	—	—
カーボンブラック C	—	—	—	—	—	—	—	20	—	—	—	—	—	—
表面処理顔料2	28	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
カルボジイミド化合物 (固形分)	b-1	—	8	—	—	—	8	8	—	—	—	—	—	—
	b-2	—	—	8	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	b-3	—	—	—	8	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	b-4	—	—	—	—	8	—	—	—	—	—	—	—	—
	b-5	—	—	—	—	—	8	—	—	—	—	—	—	—
	b-6	—	—	—	—	—	—	—	8	—	—	—	—	—
	b-7	—	—	—	—	—	—	—	—	8	—	—	—	—
	b-8	—	—	—	—	—	—	—	—	—	8	—	—	—
カルボジイミド基非含有化合物 (固形分)	b-9	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	8	—	—
顔料分散剤 (固形分)	A	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	2	—
	B	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	6
溶剤	PGMEA	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	78	74
合計	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
(評価)	分散安定性	A	A	A	A	A	A	A	A	B	B	C	B	B

表 3

		実施例								比較例							
		17	18	19	20	21	22	23	24	13	14	15	16	17	18		
カーボンブラック A		—	20	20	20	20	20	—	—	20	20	20	20	20	20		
カーボンブラック B		—	—	—	—	—	—	20	—	—	—	—	—	—	—		
カーボンブラック C		—	—	—	—	—	—	—	20	—	—	—	—	—	—		
表面処理顔料3		28	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—		
カルボジイミド化合物 (固形分)	c-1	—	8	—	—	—	—	8	8	—	—	—	—	—	—		
	c-2	—	—	8	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—		
	c-3	—	—	—	8	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—		
	c-4	—	—	—	—	8	—	—	—	—	—	—	—	—	—		
	c-5	—	—	—	—	—	8	—	—	—	—	—	—	—	—		
	c-6	—	—	—	—	—	—	—	—	8	—	—	—	—	—		
	c-7	—	—	—	—	—	—	—	—	—	8	—	—	—	—		
	c-8	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	8	—	—	—		
カルボジイミド基非含有化合物 (固形分)		—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	8	—	—		
顔料分散剤 (固形分)		A	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	2	—		
		B	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	6		
溶剤		PGMEA	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	78	74		
合計		100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100		
(評価)		分散安定性	A	A	A	A	A	A	A	A	B	C	B	B	B		

表 4

顔料分散レジスト組成物															
	比較例														
	実施例														
	1	2	3	4	5	6	7	8	1	2	3	4	5	6	
表面処理 顔料 分散組成物	実施例1	40	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	実施例2	—	40	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	実施例3	—	—	40	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	実施例4	—	—	—	40	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	実施例5	—	—	—	—	40	—	—	—	—	—	—	—	—	
	実施例6	—	—	—	—	—	40	—	—	—	—	—	—	—	
	実施例7	—	—	—	—	—	—	40	—	—	—	—	—	—	
	実施例8	—	—	—	—	—	—	—	40	—	—	—	—	—	
	比較例1	—	—	—	—	—	—	—	—	40	—	—	—	—	
	比較例2	—	—	—	—	—	—	—	—	—	40	—	—	—	
BMA/MAA共重合体 DPEHA イルガキュア907 PGMEA 合計	比較例3	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	40	—	—	
	比較例4	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	40	—	
	比較例5	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	40	
	比較例6	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	5.6	5.6	5.6	5.6	5.6	5.6	5.6	5.6	5.6	5.6	5.6	5.6	7.1	6.1	
	2.4	2.4	2.4	2.4	2.4	2.4	2.4	2.4	2.4	2.4	2.4	2.4	3.1	2.6	
イルガキュア907 PGMEA	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	1	0.9	
	51.2	51.2	51.2	51.2	51.2	51.2	51.2	51.2	51.2	51.2	51.2	51.2	48.8	50.4	
(評価)	分散安定性	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	
	OD値	A	A	A	A	A	A	A	A	C	B	C	B	B	
	抵抗値	3.9	3.9	3.8	3.8	3.9	3.8	3.4	3.4	—	—	3.6	3.9	—	3.8
	現像性	$\geq 1 \times 10^{13}$	$\geq 1 \times 10^{13}$	$\geq 1 \times 10^{13}$	$\geq 1 \times 10^{13}$	$\geq 1 \times 10^{13}$	$\geq 1 \times 10^{13}$	$\geq 1 \times 10^{13}$	$\geq 1 \times 10^{13}$	$\geq 1 \times 10^{13}$	—	C	B	—	1×10^5

表 5

		顔料分散レジスト組成物															
		実施例								比較例							
		9	10	11	12	13	14	15	16	7	8	9	10	11	12		
表面処理 顔料 分散組成物	実施例9	40	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—		
	実施例10	—	40	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—		
	実施例11	—	—	40	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—		
	実施例12	—	—	—	40	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—		
	実施例13	—	—	—	—	40	—	—	—	—	—	—	—	—	—		
	実施例14	—	—	—	—	—	40	—	—	—	—	—	—	—	—		
	実施例15	—	—	—	—	—	—	40	—	—	—	—	—	—	—		
	実施例16	—	—	—	—	—	—	—	40	—	—	—	—	—	—		
	比較例7	—	—	—	—	—	—	—	—	40	—	—	—	—	—		
	比較例8	—	—	—	—	—	—	—	—	—	40	—	—	—	—		
	比較例9	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	40	—	—	—		
	比較例10	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	40	—	—		
	比較例11	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	40	—		
	比較例12	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	40		
BMA/MAA共重合体		5.6	5.6	5.6	5.6	5.6	5.6	5.6	5.6	5.6	5.6	5.6	5.6	7.1	6.1		
DPEHA		2.4	2.4	2.4	2.4	2.4	2.4	2.4	2.4	2.4	2.4	2.4	2.4	3.1	2.6		
イルガキュア907		0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	1	0.9		
PGMEA		51.2	51.2	51.2	51.2	51.2	51.2	51.2	51.2	51.2	51.2	51.2	51.2	48.8	50.4		
合計		100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0		
(評価)	分散安定性	A	A	A	A	A	A	A	A	C	B	B	C	B	B		
	OD値	3.9	3.9	3.8	3.8	3.9	3.8	3.4	3.4	—	3.6	3.9	—	3.8	3.8		
	抵抗値	$\geq 1 \times 10^{13}$	$\geq 1 \times 10^{13}$	$\geq 1 \times 10^{13}$	$\geq 1 \times 10^{13}$	$\geq 1 \times 10^{13}$	$\geq 1 \times 10^{13}$	$\geq 1 \times 10^{13}$	$\geq 1 \times 10^{13}$	—	1×10^5	1×10^8	—	1×10^5	1×10^5		
	現像性	A	A	A	A	A	A	A	A	—	C	B	—	B	C		

表 6

		顔料分散レジスト組成物															
		実施例								比較例							
		17	18	19	20	21	22	23	24	13	14	15	16	17	18		
表面処理 顔料 分散組成物	実施例17	40	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—		
	実施例18	—	40	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—		
	実施例19	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—		
	実施例20	—	—	40	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—		
	実施例21	—	—	—	40	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—		
	実施例22	—	—	—	—	40	—	—	—	—	—	—	—	—	—		
	実施例23	—	—	—	—	—	40	—	—	—	—	—	—	—	—		
	実施例24	—	—	—	—	—	—	40	—	—	—	—	—	—	—		
	比較例13	—	—	—	—	—	—	—	—	40	—	—	—	—	—		
	比較例14	—	—	—	—	—	—	—	—	—	40	—	—	—	—		
	比較例15	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	40	—	—	—		
	比較例16	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	40	—	—		
	比較例17	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	40	—		
	比較例18	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	40	
	BMA/MAA共重合体	5.6	5.6	5.6	5.6	5.6	5.6	5.6	5.6	5.6	5.6	5.6	5.6	5.6	5.6	7.1	6.1
	DPEHA	2.4	2.4	2.4	2.4	2.4	2.4	2.4	2.4	2.4	2.4	2.4	2.4	2.4	2.4	3.1	2.6
	イルガキュア907	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	1	0.9	
	PGMEA	51.2	51.2	51.2	51.2	51.2	51.2	51.2	51.2	51.2	51.2	51.2	51.2	51.2	48.8	50.4	
	合計	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0
(評価)	分散安定性	A	A	A	A	A	A	A	A	C	B	B	C	B	B	B	B
	OD値	3.9	3.9	3.8	3.8	3.9	3.8	3.4	3.4	—	3.6	3.9	—	3.8	3.8	3.8	3.8
	抵抗値	$\geq 1 \times 10^{13}$	$\geq 1 \times 10^{13}$	$\geq 1 \times 10^{13}$	$\geq 1 \times 10^{13}$	$\geq 1 \times 10^{13}$	$\geq 1 \times 10^{13}$	$\geq 1 \times 10^{13}$	$\geq 1 \times 10^{13}$	—	1×10^5	1×10^8	—	1×10^5	1×10^5	1×10^5	1×10^5
	現像性	B	A	B	B	B	B	B	B	—	C	B	—	B	B	C	C

なお、表1～3において、顔料分散剤Aは、SOLSPERSE-24000
(商品名、アビシア社製)を表し、顔料分散体Bは、Disperbyk-16
1(商品名、ビッグケミー社製)を表し、PGMEAは、プロピレングリコール
5 モノメチルエーテルアセテートを表す。また、表4～6において、BMA/MA
A共重合体は、ベンジルメタクリレート/メタクリル酸共重合体を表し、DPE
HAは、ジペンタエリスリトールヘキサアクリレートを表す。

<顔料：カルボジイミド基と反応する官能基を有する有機顔料>

10 [実施例25～32、比較例19～20]

実施例25及び26は、カルボジイミド化合物(a-1)で表面処理した処理
顔料であり、実施例27～32は、各カルボジイミド化合物で表面処理しながら
同時に分散媒体中に分散させた、表面処理顔料の分散組成物として得られるもの
である。

15

(実施例25の処理顔料及びその分散組成物の調製)

スチールビーズ(Φ5mm)1000gを容量1000mlのスチール缶に、
プラズマ処理されたC. I. ピグメントレッド122を50g、精製水450g
を仕込んだ。この混合物をペイントコンディショナーを用い30分間練肉し、水
20 性顔料分散体を得た。この水性顔料分散体を還流冷却管、窒素導入管、攪拌棒、
温度計を備えた四つ口フラスコに移し、攪拌しながらカルボジイミド化合物(a
-1)、50g、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート170g
を添加し、約90℃で8時間反応させた。反応後、精製水及びプロピレングリ
コールモノメチルエーテルアセテートを除去し、真空乾燥機に入れ80℃で2時間
25 乾燥し、カルボジイミド化合物により表面処理された実施例25の表面処理顔料
(表面処理顔料4)を得た。さらに表7の組成の材料を、ビーズミルで1昼夜、
温度60℃の温度で混練して、実施例25の表面処理顔料の分散組成物を得た。

(実施例26の処理顔料及びその分散組成物の調製)

- 実施例 25 において、プラズマ処理された C. I. ピグメントレッド 122 をプラズマ処理された C. I. ピグメントブルー 15 : 3 に変更した以外は実施例 25 と同様にして、カルボジイミド化合物により表面処理された実施例 26 の表面処理顔料（表面処理顔料 5）を得た。さらに表 7 の組成の材料を、ビーズミルで
- 5 1 昼夜、温度 60℃ の温度で混練して、実施例 26 の表面処理顔料の分散組成物を得た。

（実施例 27～32、比較例 19、20 の分散組成物の調製）

- 表 7 の組成の材料を、ビーズミルで 1 昼夜、温度 60℃ の温度で混練し、カル
- 10 ボジイミド化合物により表面処理された実施例 27～32 の表面処理顔料の分散組成物、比較例 19、20 の顔料分散組成物を得た。

〔実施例 25～32、比較例 19、20 のカラーフィルター用の顔料分散レジスト組成物〕

- 15 高速攪拌機を用いて、実施例 25～32、比較例 19、20 の顔料分散組成物と他の材料とを表 8 の組成になるように均一に混合した後、孔径 3 μm のフィルターで濾過し、実施例 25～32、比較例 19、20 のカラーフィルター用の顔料分散レジスト組成物を得た。

20 〔評価試験〕

1. 分散安定性

- 実施例 25～32、比較例 19、20 の処理有機顔料の分散組成物及び実施例 25～32、比較例 19、20 のカラーフィルター用の顔料分散レジスト組成物をそれぞれガラス瓶に採り、密栓して室温で 7 日保存した後の状態を下記評価基準に従って評価した。この結果を、表 7～8 に示した。
- 25

評価基準

- A : 増粘、沈降物が共に認められない。
- B : 軽く振盪すると元に戻る程度の増粘や沈降物が認められる。
- C : 強く振盪しても元に戻らない程度の増粘や沈降物が認められる。

2. レジストパターンの現像性

上記分散安定性でA又はBの評価の得られた、カラーフィルター用の顔料分散レジスト組成物をスピンコーターにて膜厚 $1\text{ }\mu\text{m}$ になるようにガラス基板上に塗布し、 100°C で3分間プレバークした。得られた塗膜を、 $0.15\%\text{Na}_2\text{CO}_3$ 水溶液を使用して現像し、未硬化部分のレジスト組成物が完全に除去できる間での時間から現像性を評価した。この結果を、表8に示した。

A : 30秒以内に完全に除去できる。

B : 30秒を超えて60秒以内に完全に除去できる。

10 C : 60秒を超えても完全に除去できない。

15

20

25

表 7

顔料分散組成物													
実施例												比較例	
	25	26	27	28	29	30	31	32	19	20			
顔料分散組成物の組成(部)	表面処理顔料4	28	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	表面処理顔料5	—	28	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
	プラズマ処理されたC.I. ピグメントレッド122	—	—	20	20	20	—	—	—	—	—	—	
	プラズマ処理されたC.I. ピグメントブルー15:3	—	—	—	—	20	20	20	—	—	—	—	
	C.I. ピグメントレッド122	—	—	—	—	—	—	—	20	—	—	—	
	C.I. ピグメントレッド15:3	—	—	—	—	—	—	—	—	—	20	—	
	カルボジイミド化合物 a-1(固形分)	—	—	8	—	—	8	—	—	—	—	—	
	カルボジイミド化合物 b-1(固形分)	—	—	—	8	—	—	8	—	—	—	—	
	カルボジイミド化合物 c-1(固形分)	—	—	—	—	8	—	—	8	—	—	—	
	顔料分散剤 PB821	—	—	—	—	—	—	—	—	8	8	—	
	PGMEA	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	72	
	合計	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	
(評価)	分散安定性	A	A	A	A	A	A	A	C	C	C		

表 8

	顔料分散レジスト組成物											
	実施例											比較例
	25	26	27	28	29	30	31	32	19	20		
実施例25	35		—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
実施例26	—	35	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
実施例27	—	—	35	—	—	—	—	—	—	—	—	—
実施例28	—	—	—	35	—	—	—	—	—	—	—	—
実施例29	—	—	—	—	35	—	—	—	—	—	—	—
実施例30	—	—	—	—	—	35	—	—	—	—	—	—
実施例31	—	—	—	—	—	—	35	—	—	—	—	—
実施例32	—	—	—	—	—	—	—	35	—	—	—	—
比較例19	—	—	—	—	—	—	—	—	35	—	—	—
比較例20	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	35	—
BMA/MAA共重合体	6.9	6.9	6.9	6.9	6.9	6.9	6.9	6.9	6.9	6.9	6.9	6.9
DPEHA	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
イルガキュア907	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
PGMEA	54.1	54.1	54.1	54.1	54.1	54.1	54.1	54.1	54.1	54.1	54.1	54.1
合計	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0
(評価)	分散安定性	A	A	A	A	A	A	A	A	A	C	C
	現像性	B	B	A	A	B	A	B	—	—	—	—

顔 料 分 散 組 成 物

なお、表 7～8 において、顔料分散剤 PB 8 2 1 は、PB 8 2 1 (商品名、味の素社製) を表し、PGMEA は、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテートを表し、BMA/MAA 共重合体は、ベンジルメタクリレート/メタクリル酸共重合体を表し、DPEHA は、ジペンタエリスリトールヘキサアクリレートを表す。

産業上の利用可能性

本発明によれば、顔料を分散媒体中に分散したときに、高濃度であっても顔料分散性、分散安定性が良好な処理顔料が得られる。さらに顔料として、顔料表面にカルボジイミド基と反応する官能基を有する有機顔料 (高級有機顔料) を用いて、カラーフィルター用の顔料分散レジスト組成物とした場合は高透過率でコントラスト等に優れたカラーフィルター用の顔料分散レジスト組成物が、顔料としてカーボンブラックを用いてブラックマトリックス用の顔料分散レジスト組成物とした場合は高遮光性で高絶縁性を有するブラックマトリックス用の顔料分散レジスト組成物が得られる。

請求の範囲

1. カルボジイミド基と反応する官能基を有する有機顔料及びカーボンブラックからなる群より選択される少なくとも1種の顔料を、カルボジイミド基を有するカルボジイミド化合物で処理してなる処理顔料であって、
5 該カルボジイミド化合物は、分子内にポリエステル側鎖、ポリエーテル側鎖及びポリアクリル側鎖からなる群より選択される少なくとも1種の側鎖を有し、かつカルボジイミド当量が100～50000のものである
ことを特徴とする処理顔料。

10

2. 前記カルボジイミド化合物は、カルボジイミド基と反応する官能基を有するポリエステル鎖、ポリエーテル鎖及びポリアクリル鎖からなる群より選択される少なくとも1種の鎖と、カルボジイミド基との反応により前記側鎖が分子内に導入されてなるものである

- 15 ことを特徴とする請求の範囲第1項記載の処理顔料。

3. 前記カルボジイミド化合物は、カルボジイミド基と反応する官能基を有する化合物とカルボジイミド基とを反応させた後、ポリエステル鎖、ポリエーテル鎖及びポリアクリル鎖からなる群より選択される少なくとも1種を形成する化合物が分子内に導入されてなるものである
20

ことを特徴とする請求の範囲第1項記載の処理顔料。

4. 前記カルボジイミド化合物は、前記カルボジイミド基と反応する官能基をカルボキシル基、スルホン酸基、燐酸基、水酸基又はアミノ基として前記側鎖が
25 分子内に導入されてなるものである

ことを特徴とする請求の範囲第2又は3項記載の処理顔料。

5. 前記側鎖は、式量200～10000の鎖である
ことを特徴とする請求の範囲第1～4項のいずれかに記載の処理顔料。

6. 前記カルボジイミド基と反応する官能基を有する有機顔料及びカーボンブラックは、カルボキシル基、スルホン酸基、水酸基及びアミノ基からなる群より選択される少なくとも1種の官能基を有するものである
- 5 ことを特徴とする請求の範囲第1～5項のいずれかに記載の処理顔料。
7. 請求の範囲第1～6項のいずれかに記載の処理顔料を含有することを特徴とする顔料分散組成物。
- 10 8. 請求の範囲第1～6項のいずれかに記載の処理顔料を含有することを特徴とする顔料分散レジスト組成物。
9. 分子内にポリエステル側鎖、ポリエーテル側鎖及びポリアクリル側鎖からなる群より選択される少なくとも1種の側鎖を有し、かつカルボジイミド当量が
- 15 100～50000のカルボジイミド化合物である
- ことを特徴とするカルボジイミド基と反応する官能基を有する有機顔料又はカーボンブラックの顔料処理用化合物。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP03/02772

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl⁷ C09C3/10, 1/48, G03F7/004, G02B5/20, 5/00

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl⁷ C09C3/10, 1/48, G03F7/004, G02B5/20, 5/00

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho 1922-1996 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2003

Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2003 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2003

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 4049610 A (Bayer AG), 20 September, 1977 (20.09.77), Claims & BE 824552 A & JP 50-103530 A & CH 611332 A & DE 2402839 A & FR 2258439 A & GB 1457094 A & IT 1033116 B & NO 7500767 A & SE 7500638 A	1-9
P, A	JP 2002-201381 A (Sakata Inx Corp.), 19 July, 2002 (19.07.02), Claims (Family: none)	1-9

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.
 ☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"E" earlier document but published on or after the international filing date	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"&" document member of the same patent family
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	

Date of the actual completion of the international search
12 May, 2003 (12.05.03)Date of mailing of the international search report
27 May, 2003 (27.05.03)Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

27

THIS PAGE BLANK (USPTO)

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl⁷ C09C3/10, 1/48, G03F7/004, G02B5/20, 5/00

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl⁷ C09C3/10, 1/48, G03F7/004, G02B5/20, 5/00

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1922-1996年

日本国公開実用新案公報 1971-2003年

日本国登録実用新案公報 1994-2003年

日本国実用新案登録公報 1996-2003年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	US 4049610 A (Bayer Aktiengesellschaft) 1977.09.20 Claims & BE 824552 A & JP 50-103530 A & CH 611332 A & DE 2402839 A & FR 2258439 A & GB 1457094 A & IT 1033116 B & NL 7500767 A & SE 7500638 A	1-9
PA	JP 2002-201381 A (サカティンクス株式会社) 2002.07.19 特許請求の範囲 (ファミリーなし)	1-9

☐ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)

「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

12.05.03

国際調査報告の発送日

27.05.03

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

山田 泰之

4V

8720

電話番号 03-3581-1101 内線 3483

THIS PAGE BLANK (USPTO)